



# Endommagement par le gel de pierres calcaires utilisées dans le patrimoine bâti : étude du comportement hydromécanique

Charlotte Walbert

## ► To cite this version:

Charlotte Walbert. Endommagement par le gel de pierres calcaires utilisées dans le patrimoine bâti : étude du comportement hydromécanique. Matériaux. Université de Cergy Pontoise, 2015. Français. NNT : 2015CERG0779 . tel-01346990

**HAL Id: tel-01346990**

**<https://theses.hal.science/tel-01346990>**

Submitted on 20 Jul 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## **THESE DE DOCTORAT**

Présentée pour l'obtention du grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE CERGY-PONTOISE**  
**Ecole doctorale Science et Ingénierie, Spécialité Génie Civil**

Par  
Charlotte Walbert

---

# **ENDOMMAGEMENT PAR LE GEL DE PIERRES CALCAIRES UTILISEES DANS LE PATRIMOINE BATI : ETUDE DU COMPORTEMENT HYDROMECHANIQUE**

---

Présentée et soutenue publiquement le 18 mai 2015

### **Composition du jury :**

Rapporteur	Jeanne-Sylvine Guédon	Chargée de recherche HDR à l'Ifsttar
Rapporteur	Dashnor Hoxha	Professeur à l'Université d'Orléans
Présidente	Anne Pantet	Professeur à l'Université du Havre
Invitée	Céline Schneider	MCF à l'Université de Reims
Co-encadrant	Ann Bourgès	Ingénieur de Recherche au LRMH
Co-encadrant	Anne-Lise Beaucour	MCF à l'Université de Cergy-Pontoise
Co-encadrant	Javad Eslami	MCF à l'Université de Cergy-Pontoise
Directeur de thèse	Albert Noumowé	Professeur à l'Université de Cergy-Pontoise



## REMERCIEMENTS

Je souhaite ici exprimer ma gratitude envers toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à ces travaux de recherche.

Ce doctorat, financé par le LabEx PATRIMA (Fondation des Sciences du Patrimoine), est le fruit de la collaboration entre le Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil (L2MGC) de l'Université de Cergy-Pontoise et le Laboratoire de Recherche des Monuments Historiques (LRMH).

Je tiens tout d'abord à remercier très sincèrement mon directeur de thèse Albert NOUMOWE de m'avoir accueillie au sein du L2MGC et d'avoir dirigé cette thèse, ainsi qu'Ann BOURGES du LRMH, Javad ESLAMI et Anne-Lise BEAUCOUR du L2MGC pour l'encadrement de ces travaux de recherche. Je vous remercie de m'avoir fait confiance pour ce travail malgré mon profil non génie civil, de m'avoir conseillée et soutenue, d'avoir été disponible tout au long de ces trois ans et huit mois de thèse.

Je souhaite remercier également les membres du jury qui ont eu la gentillesse d'accepter d'évaluer mon travail. Je remercie Jeanne-Sylvine GUEDON de l'IFSTTAR et Dashnor HOXHA de l'Université d'Orléans pour leurs rapports, Céline Schneider de l'Université de Reims d'avoir accepté d'examiner mon manuscrit et enfin, Anne PANTET de l'Université du Havre d'avoir présidé ma soutenance de thèse. Vos nombreuses remarques et questions nous ont permis d'avoir une discussion très enrichissante.

Je tiens également à remercier ROCAMAT et FRANCE PIERRE qui, par leurs généreux dons d'échantillons de pierre, m'ont permis d'avoir ma matière première pour travailler. Je souhaite remercier aussi le laboratoire de Géosciences et Environnement de Cergy qui m'a permis d'utiliser quelques uns de leurs appareillages et en particulier, Jean-Christian COLOMBIER et Jérôme WASSERMANN d'avoir pris le temps de me former et de répondre à mes questions. Je tiens à remercier l'ensemble des membres du LRMH pour leur accueil chaleureux au sein du laboratoire et je remercie plus particulièrement Mikaël GUIAVARC'H pour l'observation des lames minces et Mathilde TIENNOT pour les essais mécaniques. Merci d'avoir pris du temps pour me former, me conseiller et répondre à mes questions.

Un immense merci à notre équipe technique, Annelise COUSTURE, Noémie CHAUMONT et Lilian CRISTOFOL, pour votre aide précieuse, votre disponibilité, votre bonne humeur, et votre rapidité pour répondre aux questions... Et plus particulièrement à Lilian qui m'a bien aidé avec la chambre froide et notamment pour l'enregistrement des déformations pendant les cycles de gel-dégel !

Merci aussi à Isabelle COLLET, Isabelle SOKOLOWSKI et Norma ANCELIN de m'avoir si bien accueillie et entourée pendant ces trois années, et d'avoir mis tous les midis une dose de bonne humeur dans ma journée !

Je remercie aussi évidemment tous mes collègues thésards, ATER, post-doc anciens et actuels : Cléo, Nonna, Amal, Nirry, Olivier, Arthur, Minh-Duc, Omary, Tahar, Baudouin, Gildas, Hamza, Gia, Florian, Mahmoud... pour la bonne ambiance permanente qui a régné



dans les bureaux, pour nos discussions scientifiques ou non, pour tous les bons moments passés ensemble aux journées labo, ménages, etc. Et merci pour mes bijoux d'une grande originalité !!!

Je pense également aux doctorants PATRIMA : Mélanie, Carlotta, Mickaël et Anita, avec qui on a partagé de chouettes réunions et séminaires et d'agréables déjeuners.

Enfin, je remercie du fond du cœur ma famille, mes amis et Dany pour leurs soutiens, leurs écoutes et leurs encouragements et aussi pour avoir su me sortir la tête du travail de temps en temps. Un grand merci à vous !

# SOMMAIRE

Sommaire.....	v
Liste des figures .....	ix
Liste des tableaux .....	xv
Résumé.....	xvii
Abstract.....	xix
 <b>Introduction générale.....</b>	 <b>1</b>
 <b>CHAPITRE 1.   Etat de l'art .....</b>	 <b>5</b>
I. Introduction.....	7
II. Les pierres naturelles : les calcaires .....	7
II.1. Description de la microstructure des calcaires.....	8
II.2. Les défauts dans les pierres calcaires .....	11
II.3. Comportement mécanique des calcaires sous sollicitation uniaxiale .....	12
III. L'altération de pierres calcaires par le gel .....	13
III.1. Formation de la glace dans les milieux poreux .....	13
III.2. Les mécanismes de dégradation liés au cycle de gel-dégel .....	16
III.3. Paramètres influençant la résistance au gel des pierres.....	17
IV. Les différentes approches expérimentales .....	20
IV.1. Suivi expérimental de la dégradation des pierres liée au gel.....	20
IV.2. Apport de la mécanique de la rupture .....	24
V. Conclusion .....	27
 <b>CHAPITRE 2.   Méthodes expérimentales pour l'étude des propriétés physiques et mécaniques des pierres calcaires.....</b>	 <b>29</b>
I. Les matériaux de l'étude.....	31
II. Caractérisations physiques .....	32
II.1. Examen pétrographique .....	32
II.1.1. Rappel théorique.....	32
II.1.2. Protocole expérimental .....	33
II.2. Diffraction des Rayons X .....	34
II.2.1. Rappel théorique.....	34
II.2.2. Protocole expérimental .....	34
II.3. Porosité totale ( $N_t$ ).....	35
II.3.1. Rappel théorique.....	35

II.3.2. Protocole expérimental .....	35
II.4. Porosité à 48h ( $N_{48}$ ).....	36
II.4.1. Rappel théorique.....	36
II.4.2. Protocole expérimental .....	36
II.5. Propriétés déduites.....	37
II.5.1. Porosité piégée ( $N_p$ ).....	37
II.5.2. Coefficient de saturation ( $S_{48}$ ) .....	37
II.6. Porosimétrie au mercure .....	37
II.6.1. Rappel théorique.....	37
II.6.2. Protocole expérimental .....	38
II.7. Capillarité .....	39
II.7.1. Rappel théorique.....	39
II.7.2. Protocole expérimental .....	39
II.8. Perméabilité à l'eau.....	40
II.8.1. Rappel théorique.....	40
II.8.2. Protocole expérimental .....	40
II.9. Vitesse des ondes ultrasonores.....	41
II.9.1. Rappel théorique.....	41
II.9.2. Protocole expérimental .....	41
II.9.3. Indice de continuité .....	42
III. Caractérisations mécaniques.....	42
III.1. Détermination du module d'Young dynamique .....	42
III.2. Essai de compression uniaxiale cyclique.....	43
III.2.1. Rappel théorique.....	43
III.2.2. Protocole expérimental .....	43
III.3. Essai de flexion semi-circulaire.....	45
III.3.1. Rappel théorique.....	45
III.3.2. Protocole expérimental .....	45
IV. Vieillissement artificiel par des cycles de gel-dégel.....	46
IV.1. Les cycles de gel-dégel.....	46
IV.1.1. Protocole expérimental pour les cycles de gel-dégel .....	46
IV.1.2. Validation du protocole expérimental pour les cycles de gel-dégel .....	47
IV.2. Méthodes utilisées pour le suivi du vieillissement artificiel.....	48
V. Conclusion .....	49

<b>CHAPITRE 3. Caractérisations des pierres saines .....</b>	<b>51</b>
I. Résultats des caractérisations physiques sur les pierres saines .....	53
I.1. Propriétés pétrographiques .....	53
I.1.1. Description macroscopique.....	53
I.1.2. Description minéralogique.....	53
I.2. Propriétés du réseau poreux .....	57
I.2.1. Propriétés physiques .....	57
I.2.2. Distribution de la taille d'entrée des pores – Morphologie du réseau poreux .....	59
I.2.3. Hétérogénéité au sein des pierres .....	61
I.3. Propriétés de transfert de l'eau.....	63
I.3.1. Capillarité.....	63
I.3.2. Perméabilité à l'eau .....	65
I.4. Vitesse des ondes ultrasonores.....	65
I.4.1. Vitesse des ondes P .....	65
I.4.2. Indice de continuité – Morphologie des pores .....	67
II. Résultats des caractérisations mécaniques sur les pierres saines .....	69
II.1. Résultat de l'essai de compression uniaxial cyclique.....	69
II.2. Détermination du module d'Young dynamique et comparaison avec le module d'Young statique .....	72
II.3. Résultat de l'essai de flexion semi-circulaire .....	73
III. Approche comportementale : Relation entre la microstructure et les propriétés hydrauliques et mécaniques des pierres saines.....	76
III.1. Relation entre la microstructure et les propriétés de transport .....	77
III.2. Relation entre la microstructure et les performances mécaniques .....	79
IV. Conclusion.....	81
 <b>CHAPITRE 4. Propriétés des pierres altérées par les cycles de gel-dégel .....</b>	 <b>83</b>
I. Comportement thermique des pierres pendant les cycles de gel-dégel.....	85
I.1. Suivi de la température pendant les cycles de gel-dégel .....	85
I.2. Suivi des déformations pendant les cycles de gel-dégel.....	88
II. Observation macroscopique de l'endommagement.....	91
III. Evolution des propriétés physiques.....	93
III.1. Vitesse des ondes P .....	94
III.1.1. Suivi continu de la vitesse des ondes P à l'état saturé .....	94
III.1.2. Vitesse des ondes P à l'état sec .....	95
III.2. Porosité totale .....	96

III.2.1. Porosité totale sur les échantillons 4x8 cm.....	96
III.2.2. Suivi continu de la porosité totale sur les échantillons 4x4 cm .....	97
III.3. Indice de continuité.....	100
IV. Evolution des propriétés mécaniques .....	101
IV.1. Module d'Young .....	101
IV.1.1. Module d'Young dynamique .....	101
IV.1.2. Module d'Young statique .....	102
IV.1.3. Comparaison des modules d'Young dynamique et statique.....	105
IV.2. Résistance à la compression .....	107
IV.3. Facteur d'intensité des contraintes critique .....	108
V. Evolution de la microstructure .....	109
V.1. Distribution de la taille d'accès des pores.....	109
V.2. Observations microscopiques de l'endommagement .....	113
VI. Synthèse et Discussion .....	118
VI.1. Synthèse de l'endommagement des pierres.....	118
VI.2. Relations entre microstructure et sensibilité aux cycles de gel-dégel .....	123
VI.3. Principaux paramètres ayant une influence sur l'endommagement des pierres par les cycles de gel-dégel .....	126
VI.4. Discussion sur le processus d'endommagement.....	128
VII. Conclusion.....	130
<b>Conclusion générale et Perspectives .....</b>	<b>133</b>
References bibliographiques .....	141
Annexe A : Propriétés des pierres au cours des cycles de gel-dégel.....	151
Annexe B : Evolution des modules selon les cycles de chargement-déchargement en fonction du nombre de cycle de gel-dégel .....	159
Annexe C : Evolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture de l'entaille au cours des cycles de gel-dégel.....	163

## LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Exemple d'altération : façade et détails de l'abbaye de Notre-Dame de Lure (source LRMH).....	7
Figure 1-2 : Classification modifiée de Folk (1959) dans Flügel (1982).....	8
Figure 1-3 : Phases de liaison classiques (Fronteau, 2000) .....	9
Figure 1-4 : Les différents types de porosités d'après Choquette et Pray (1970).....	10
Figure 1-5 : Piégeage de l'air d'après Bousquié (1979) (a) par dérivation (b) par la rugosité	11
Figure 1-6 : Evolution de la contrainte en fonction des déformations axiale et latérale sous chargement uniaxial de compression .....	13
Figure 1-7 : Diagramme de phase de l'eau (Petrenko, 1999).....	14
Figure 1-8 : Structure cristalline de la glace I <sub>h</sub> (atomes d'hydrogène en noir ; atomes d'oxygène en blanc ; atomes grisés pour les quatre atomes contenues dans une cellule unitaire de structure moyenne ABCDEFGH) .....	14
Figure 1-9 : Température de gel en fonction du diamètre du pore .....	15
Figure 1-10 : (a) Croissance de la glace à l'intérieur du pore et expulsion de l'eau dans le réseau poreux (b) Un film d'eau non gelée entre la pierre et la glace crée un phénomène de succion et le sens de migration de l'eau non gelée est inversé (d'après Vlahou, 2010).....	16
Figure 1-11 : Expériences de Hirschwald sur les dégâts du gel (extrait Hirschwald, 1908) ; Dessin de gauche décrit l'influence de pores reliés à des capillaires ; Dessin de droite montre la glace extrudée à travers l'ouverture et formée à la surface.....	18
Figure 1-12 : Nucléation de cristaux (a) nucléation homogène (b) nucléation hétérogène (c) nucléation hétérogène en présence de défaut (extrait de Scherer (1999)) .....	19
Figure 1-13 : Interaction de différents facteurs lors du gel d'une pierre (d'après Thomachot, 2002).....	20
Figure 1-14 : Modes de fissuration .....	25
Figure 1-15 : Propagation des fissures dans un milieu poreux à partir de la formation de microfissures jusqu'à leur coalescence dans une fissure et sa propagation jusqu' à la rupture (extrait de Bourghès, 2012) .....	26
Figure 2-1 : (a) Exemple de lame mince colorée (b) Exemple d'échantillon dans de la résine (c) Exemple de fragment de pierre (ici métallisé à l'or) .....	34
Figure 2-2 : Démonstration de la loi de Bragg .....	34
Figure 2-3 : Dispositif expérimental de la saturation à l'eau sous vide .....	35
Figure 2-4 : Mode opératoire pour la mesure de la porosité à 48h (a) niveau d'eau H/4 pendant 1h (b) niveau d'eau H/2 pendant 23h (c) niveau d'eau > H pendant 24h ; avec H la hauteur de l'échantillon (d'après Rousset Tournier, 2001).....	36
Figure 2-5 : Schéma explicatif de l'effet « bouteille d'encre » (Homand, 2000).....	38
Figure 2-6 : Courbe d'imbibition capillaire : prise de masse sur une surface en fonction du temps (d'après Casteleyn, 2011).....	40
Figure 2-7 : Schéma du dispositif expérimental (NF X30-443).....	41
Figure 2-8 : Générateur d'impulsion Pundit 7 et deux transducteurs piézoélectriques .....	41
Figure 2-9 : Exemple d'échantillon instrumenté avant un essai de compression uniaxiale cyclique .....	44
Figure 2-10 : Exemple de courbe contrainte-déformation avec les pentes correspondantes à chaque déchargement ( $\sigma_{11}$ et $\sigma_{22}$ : contrainte latérale, $\sigma_{33}$ : contrainte axiale ; $\varepsilon_{11}$ et $\varepsilon_{22}$ : déformation latérale, $\varepsilon_{33}$ : déformation axiale et $\varepsilon_V$ : déformation volumique).....	45
Figure 2-11 : Essai de flexion semi-circulaire .....	46

Figure 2-12 : (a) Cycle théorique de gel-dégel (b) Conditionnement pendant les cycles de gel-dégel .....	47
Figure 2-13 : Exemple de courbe de température en fonction du temps (courbe rouge : température en surface ; courbe bleue : température au centre de l'échantillon) .....	47
Figure 2-14 : Suivi des propriétés physico-mécaniques au cours des cycles de gel-dégel ...	49
Figure 3-1 : Echantillons de pierres calcaires .....	53
Figure 3-2 : Diffractogrammes des pierres.....	54
Figure 3-3 : Pierre de Massangis (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée .....	55
Figure 3-4 : Pierre de Lens (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée .....	55
Figure 3-5 : Pierre de Migné (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée .....	56
Figure 3-6 : Pierre de Savonnières (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée .....	56
Figure 3-7 : Pierre de Saint-Maximin (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée .....	57
Figure 3-8 : Distribution du diamètre d'accès des pores pour les pierres saines .....	60
Figure 3-9 : Variation de la porosité totale sur les carottes issues d'un même bloc .....	62
Figure 3-10 : Courbes d'imbibition capillaire des pierres saines .....	64
Figure 3-11 : Indice de continuité en fonction de la porosité totale des échantillons sains ....	69
Figure 3-12 : Evolution de la contrainte relative en fonction des déformations transversale, volumique et axiale et cycles de chargement-déchargement utilisés pour les calculs du module d'Young statique et le coefficient de Poisson (avec $\varepsilon_{11}$ et $\varepsilon_{22}$ , les déformations latérales ; $\varepsilon_{33}$ , la déformation axiale et $\varepsilon_v$ , la déformation volumique ( $\varepsilon_v = \varepsilon_{33} + 2\varepsilon_{11}$ )) .....	70
Figure 3-13 : Evolution de la contrainte relative jusqu'à la rupture en fonction des déformations transversale, volumique et axiale pour les pierres de Massangis et de Lens...	71
Figure 3-14 : Comparaison des modules d'Young dynamique et statique à l'état sain.....	73
Figure 3-15 : Exemple de chemin de fissuration pour les pierres de (a) de Massangis (b) de Saint-Maximin .....	74
Figure 3-16 : Evolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture de l'entaille pour des échantillons de $a/t = 0,2$ .....	75
Figure 3-17 : Corrélation entre la porosité totale, la porosité à 48 heures et la perméabilité, le coefficient de capillarité pour les pierres saines.....	77
Figure 3-18 : Corrélation entre la porosité totale, la porosité à 48 heures et le module d'Young statique, la résistance mécanique, la ténacité pour les pierres saines .....	80
Figure 4-1 : Température de l'eau pendant une phase de gel (d'après Thomachot, 2002) ...	86
Figure 4-2 : Courbes de température au centre et à la surface des pierres pendant deux cycles de gel-dégel.....	87
Figure 4-3 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de Massangis en fonction du temps pour (a) le 1 <sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : dilatation et (b) de 47 à 52 cycles de gel-dégel.....	88
Figure 4-4 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de Lens en fonction du temps pour (a) le 1 <sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : dilatation et (b) de 47 à 52 cycles de gel-dégel .....	89
Figure 4-5 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de Savonnières (SA-) en fonction du temps pour (a) le 1 <sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : dilatation	

instantanée puis reprise de la contraction, zone C : dilatation et (b) de 29 à 32 cycles de gel-dégel .....	89
Figure 4-6 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de la pierre de Migné en fonction du temps pour (a) le 1 <sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : palier, zone C : contraction, zone D : dilatation, zone E : contraction, zone F : dilatation et (b) de 22 à 30 cycles de gel-dégel.....	90
Figure 4-7 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de Saint-Maximin en fonction du temps pour (a) le 1 <sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : palier, zone C : contraction, zone D : dilatation, zone E : contraction, zone F : dilatation et et (b) de 26 à 31 cycles de gel-dégel.....	91
Figure 4-8 : Dommages macroscopiques pour les pierres de (a) Massangis à 220 cycles, (b) Lens à 220 cycles, (c) Migné à 25 cycles, (d) Savonnières SA+ à 60 cycles, (e) Savonnières SA- à 150 cycles, (f) Saint-Maximin à 30 cycles .....	93
Figure 4-9 : Evolution relative de la vitesse des ondes P sur les échantillons saturés en fonction du nombre de cycles de gel-dégel.....	94
Figure 4-10 : Evolution relative de la vitesse des ondes P sur les échantillons secs en fonction du nombre de cycles de gel-dégel.....	95
Figure 4-11 : Evolution relative de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel .....	96
Figure 4-12 : Pour la pierre de Massangis (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 12 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final .....	97
Figure 4-13 : Pour la pierre de Lens (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 12 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final .....	98
Figure 4-14 : Pour la pierre de Migné (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 12 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final .....	98
Figure 4-15 : Pour la pierre de Savonnières (SA+) (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 11 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final.....	99
Figure 4-16 : Pour la pierre de Saint-Maximin (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 12 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final .....	99
Figure 4-17 : Indice de continuité en fonction de la porosité totale à l'état initial (marqueurs foncés) et à la fin des cycles de gel-dégel .....	100
Figure 4-18 : Evolution relative du module d'Young dynamique en fonction du nombre de cycles de gel-dégel.....	102
Figure 4-19 : Evolution détaillée des modules selon les cycles de chargement-déchargement en fonction du nombre de cycles de gel-dégel (E app : module apparent ; E1 : module du premier cycle de chargement-déchargement ; E2 : module du deuxième cycle de chargement-déchargement ; E3 : module du troisième cycle de chargement-déchargement) .....	103



Figure 4-20 : Evolution relative du module d'Young statique (Estat) et du module apparent (Eapp) en fonction du nombre de cycles de gel-dégel .....	104
Figure 4-21 : Evolution du module d'Young dynamique (Edyn) et du module d'Young statique (Estat) en fonction du nombre de cycles de gel-dégel .....	105
Figure 4-22 : Evolution relative du module d'Young dynamique en fonction de l'évolution relative du module d'Young statique au cours des cycles de gel-dégel .....	106
Figure 4-23 : Evolution relative de la résistance à la compression en fonction du nombre de cycles de gel-dégel.....	107
Figure 4-24 : Evolution relative de la ténacité en fonction du nombre de cycles de gel-dégel .....	109
Figure 4-25 : Pour la pierre de Massangis (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération .....	110
Figure 4-26 : Pour la pierre de Lens (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération .....	110
Figure 4-27 : Pour la pierre de Migné (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération .....	111
Figure 4-28 : Pour la pierre de Savonnières SA+ (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération .....	111
Figure 4-29 : Pour la pierre de Savonnières SA- (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération .....	112
Figure 4-30 : Pour la pierre de Saint-Maximin (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération .....	113
Figure 4-31 : Endommagement microscopique de la pierre de Massangis (a)-(b)-(c) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b)-(c) échantillon altéré (320 cycles) ; (d) Image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré (320 cycles) .....	114
Figure 4-32 : Endommagement microscopique de la pierre de Lens (a)-(b) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b) échantillon altéré (320 cycles) ; (c) Image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré (320 cycles) ; (d) Image Microscopie Optique, Grandissement X 100, lumière polarisée, échantillon altéré (320 cycles) .....	115
Figure 4-33 : Endommagement microscopique de la pierre de Migné (a)-(b) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b) échantillon altéré (30 cycles) ; (c)-(d) Image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré (30 cycles).....	116
Figure 4-34 : Endommagement microscopique de la pierre de Savonnières (a)-(b) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b) échantillon altéré SA+ (60 cycles) ; (c) Image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré SA- (150 cycles) ; (d) Image Microscopie Optique, Grandissement X 100, lumière naturelle, échantillon altéré SA+ (60 cycles) .....	117
Figure 4-35 : Endommagement microscopique de la pierre de Saint-Maximin (a)-(b)-(c) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b)-(c)	

échantillon altéré (30 cycles) ; (d) Image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré (30 cycles) .....	118
Figure 4-36 : Comportement de la pierre de Massangis face à l'altération par des cycles de gel-dégel .....	124
Figure 4-37 : Comportement des pierres de Savonnières et de Saint-Maximin face à l'altération par des cycles de gel-dégel.....	125
Figure 4-38 : Comportement des pierres de Lens et de Migné face à l'altération par des cycles de gel-dégel.....	126
Figure 4-39 : Propagation de fissure schématique pour les pierres de (a) Massangis et Lens, (b) Migné et (c) Savonnières et Saint-Maximin .....	129
Figure 4-40 : Exemple d'altération sur (a) l'opéra Garnier et (b) l'abbaye de Notre-Dame de Lure (source LRMH) .....	130



## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1 : Expériences de gel dans la littérature .....	21
Tableau 1-2 : Méthodes de mesure de la propagation de fissures et de calcul du facteur d'intensité des contraintes avec P la contrainte appliquée, R le rayon, B ou t l'épaisseur, Y le facteur de forme et a la longueur de la fissure (d'après * Wang, 2010 ; ** Tutluoglu, 2011)..	26
Tableau 2-1 : Quelques caractéristiques des pierres calcaires sélectionnées .....	31
Tableau 2-2 : Teneur en eau avant et après dix cycles de gel-dégel .....	48
Tableau 2-3 : Nombre de cycle de gel-dégel avant endommagement ou rupture et palier de mesure pour chaque pierre .....	49
Tableau 2-4 : Caractérisations utilisées avant, pendant et après altération par des cycles de gel-dégel .....	50
Tableau 3-1 : Porosités et masse volumique des pierres saines .....	58
Tableau 3-2 : Coefficients de saturation à 48 heures et longue durée des pierres saines.....	58
Tableau 3-3 : Réseaux poreux et pourcentage de pore par catégorie de taille .....	61
Tableau 3-4 : Porosité totale en fonction de la face .....	63
Tableau 3-5 : Perméabilité des pierres saines (* : valeur relevée dans la littérature (De Witte, 2001)).....	65
Tableau 3-6 : Vitesses des ondes P des pierres saines.....	66
Tableau 3-7 : Vitesses des ondes P selon l'axe de mesure par rapport au litage et Indice d'anisotropie.....	67
Tableau 3-8 : Indice de continuité et pourcentage de chaque type de porosité pour les pierres saines.....	68
Tableau 3-9 : Données obtenues par l'essai de compression cyclique .....	72
Tableau 3-10 : Module d'Young dynamique pour les pierres saines .....	72
Tableau 3-11 : Ténacité pour les pierres saines pour deux longueurs d'entaille .....	74
Tableau 3-12 : Principales propriétés physiques et mécaniques des pierres calcaires à l'état sain .....	76
Tableau 4-1 : Observation macroscopique de l'endommagement .....	92
Tableau 4-2 : Evolution des propriétés physiques et mécaniques des pierres calcaires après les cycles de gel-dégel .....	119



## RESUME

Les matériaux de construction des monuments historiques, tels que les pierres naturelles, sont soumis à des conditions environnementales agressives, comme la variation de la température ou de l'humidité, la pluie, ou encore les polluants atmosphériques. Cela peut provoquer des modifications au sein de la structure même des matériaux. Ces variations peuvent engendrer de fortes contraintes mécaniques aboutissant à des altérations macroscopiques importantes et diverses comme des fissures, des desquamations ou des désagréations granulaires.

La pierre étant un matériau poreux hétérogène, la connaissance de la microstructure, les caractérisations minéralogique et physique sont indispensables à la compréhension du comportement hydromécanique du matériau lors de dégradations. Parmi les différentes conditions environnementales responsables d'altération au sein de matériaux de construction, nous nous intéressons au phénomène de gel-dégel de différents types de pierres calcaires. L'objectif de ces travaux de recherche est de corréler les propriétés microstructurales et minéralogiques de pierres calcaires saines et leurs évolutions, avec leurs propriétés mécaniques au cours de la fissuration sous l'effet des cycles de gel-dégel. Cinq calcaires, aux propriétés microstructurales et mécaniques variées, ont été sélectionnés pour cette étude : les pierres de Massangis, de Lens, de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin.

L'évolution de l'endommagement des pierres calcaires est suivie au cours du vieillissement accéléré par la mesure des propriétés suivantes : la vitesse des ondes P, les modules d'Young dynamiques et statiques, la résistance à la compression uniaxiale, la ténacité, la porosité totale et la distribution de la taille d'accès des pores. Le comportement thermomécanique des pierres est également étudié par des mesures des déformations et de la température (en surface et au centre des échantillons) pendant les cycles de gel-dégel.

Ces recherches ont montré que l'évolution de la microstructure des pierres altérées et leurs propriétés mécaniques intrinsèques comme la ténacité, paramètre déterminant dans l'amorçage et la propagation de fissures, sont liés. En effet, la résistance des pierres aux contraintes provoquées par les cycles de gel-dégel dépend autant de leurs performances mécaniques initiales que de leurs porosités, notamment la part de leurs porosités naturellement accessible à l'eau par immersion et de leurs degrés de saturation naturelle.



## **ABSTRACT**

Building materials of historical monuments, such as natural stone, are subject to aggressive environmental conditions, such as changes in temperature or humidity, rain, or air pollutants. This can cause changes in the structure of materials. These variations can lead to high mechanical stress resulting in significant and diverse macroscopic alterations as cracks, flaking or granular disintegration.

The stone is a heterogeneous porous material, the knowledge of the microstructure, the mineralogical and physical characterizations are essential to understanding the hydro-mechanical behavior of the material during degradation. Among the different environmental weathering of building materials, we are interested in freeze-thaw cycle of different types of limestone. The objective of this research is to correlate the microstructural, physical and mechanical properties of limestone before weathering with their evolution under freeze-thaw cycles. Five limestones of varying microstructure and mechanical properties were selected for this study: Massangis, Lens, Migné, Savonnières and Saint-Maximin stones.

The evolution of limestone degradation is followed during accelerated aging by measuring several properties: P-wave velocity, dynamic and static Young's modulus, uniaxial compressive strength, toughness, total porosity and pore size distribution. The thermo-mechanical behavior of rocks is also studied with the aid of strain and temperature (at surface and at center of the sample) during the freeze-thaw cycles.

This research has shown that the evolution of the microstructure of weathered stones and their intrinsic mechanical properties such as toughness, determining parameter in the initiation and propagation of cracks are related. Indeed, stones resistance to stresses caused by freeze-thaw cycles depends as much on their initial mechanical performance as their porosity, especially from their pores naturally accessible to water immersion and their degrees of natural saturation.





## **INTRODUCTION GENERALE**



A la fois esthétique et résistante dans le temps, la pierre était le matériau de construction le plus fréquemment utilisé jusqu'à une époque récente. La pierre représente un patrimoine très présent, visible tant dans le bâti traditionnel des villes, des villages et des campagnes que dans les monuments, les musées et sur les grands sites archéologiques (Pierre et Patrimoine, 2009).

La pierre, utilisée comme matériau de construction est issue de la roche et est façonnée par l'Homme. L'extraction de la roche et le façonnage soumettent la pierre à de nouvelles conditions environnementales et à de nouvelles contraintes mécaniques. La mise en œuvre de la pierre dans un édifice crée de nouvelles contraintes mécaniques. De plus, en fonction de son emplacement sur une façade, la pierre est plus ou moins exposée aux intempéries, aux changements de température, d'humidité, ... La pierre est donc sensible à son environnement et le vieillissement de celle-ci est un phénomène naturel inévitable. Les stigmates du temps peuvent prendre différentes formes. Les dégradations subies par la pierre peuvent se diviser en trois catégories principales : les altérations physiques (dissociation des éléments constitutifs de la pierre sans modification de la composition chimique) ; les altérations chimiques (les minéraux sont modifiés par réactions chimiques) et les altérations d'origine biologique. Ces altérations macroscopiques peuvent mener à la destruction d'une partie des édifices ou encore poser des problèmes d'instabilité de la construction. Les mécanismes d'altération sont complexes et sont souvent dus à la combinaison de différents facteurs environnementaux et dépendants de certains paramètres intrinsèques de la pierre elle-même.

La préservation du patrimoine bâti est un défi à la fois culturel et scientifique. Afin de préserver et conserver ce patrimoine durablement, il convient donc de connaître et comprendre les mécanismes de dégradation des pierres de construction.

Dans le cadre de ces travaux de recherche, nous nous intéressons à un type d'altération physique : la fissure. La fissuration dans le patrimoine bâti est toujours liée à un effort mécanique. L'origine des contraintes peut être diverse : des défauts dans la pierre, des problèmes de mise en œuvre, la corrosion d'éléments métalliques, une incompatibilité de matériaux (par exemple, un mortier de rejointoiement à la fois adhérent et beaucoup plus dur que la pierre). Les vibrations liées aux tremblements de terre, les incendies, la cristallisation de sel, le gel font aussi partie des causes de fissuration.

Dans le but de durabilité du patrimoine bâti et de compréhension de mécanisme d'altération, l'objectif du travail de recherche présenté dans ce manuscrit est d'étudier la formation des fissures sur cinq pierres calcaires, sous des conditions environnementales précises, la combinaison de l'action de l'eau et de la température : les cycles de gel-dégel.

En effet, lorsque l'eau gèle dans un matériau poreux, celui-ci peut être endommagé. Les dommages les plus fréquents sont des écaillages de surface, des desquamations et des fissurations plus ou moins profondes pouvant mener à la rupture. De nombreuses études ont été réalisées sur le gel dans différents matériaux poreux : le béton, la brique ou encore les pierres de construction. Si certains paramètres des matériaux poreux, comme l'état de saturation, ont été démontrés comme influençant le gel, les mécanismes menant à la rupture des pierres sous l'effet de cycles de gel-dégel ne sont pas établis et les paramètres influençant la durabilité des pierres sont toujours en discussion.

Les pierres calcaires ont été choisies pour cette étude car ce sont des matériaux poreux hétérogènes, qui présentent une grande variabilité de microstructure. De plus, ces pierres ont été les plus exploitées pour la construction de monuments et de bâtis ruraux et urbains

en France. C'est un matériau amplement disponible en France avec de nombreuses carrières en activité, servant pour la construction et le remplacement de pierre pour les Monuments Historiques. Les pierres calcaires sélectionnées pour ces recherches sont les pierres de Massangis, de Lens, de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin.

L'objectif de ces travaux de recherche est d'évaluer la durabilité de ces pierres face à l'action des cycles de gel-dégel et d'améliorer les connaissances des mécanismes de dégradation. Pour cela, les propriétés microstructurales et mécaniques de ces pierres calcaires avant altération et leurs évolutions au cours de la fissuration sous l'effet des cycles de gel-dégel seront étudiées afin de mettre en évidence des comportements hydromécaniques lors de l'altération par les cycles de gel-dégel.

Ce manuscrit est composé de quatre chapitres. Le premier chapitre est une étude bibliographique faisant l'état de l'art et une analyse des travaux antérieurs. Le chapitre est divisé en trois parties. La première partie porte sur une présentation et une description multi-échelle de la pierre calcaire en général. Dans un second temps, les mécanismes d'altération induits par les cycles de gel-dégel menant à la fissuration sont présentés ainsi que l'influence de différentes propriétés de la pierre sur le gel. Puis, les travaux antérieurs réalisés sur le gel-dégel sont présentés et analysés, permettant de définir l'approche expérimentale choisie. Le deuxième chapitre porte sur les méthodes expérimentales utilisées au cours de ces travaux. Les différentes techniques de caractérisation micro et macroscopique y sont présentées avec un rappel théorique et le protocole expérimental appliqué au sein du laboratoire. La dernière partie de ce chapitre est consacrée à la description du protocole de vieillissement artificiel par des cycles de gel-dégel mis en place.

Le troisième chapitre expose les résultats de la caractérisation des pierres dites « saines », c'est-à-dire avant le vieillissement artificiel. Les propriétés physiques et mécaniques de chaque pierre y sont présentées et discutées. Une corrélation entre certaines propriétés microstructurales et les propriétés mécaniques est proposée pour rendre compte de l'influence de la microstructure sur le comportement mécanique des pierres.

Le quatrième chapitre est consacré aux propriétés des pierres altérées par le vieillissement artificiel. Le comportement thermique des pierres calcaires pendant les cycles de gel-dégel, ainsi que l'évolution de leurs différentes propriétés mécaniques et physiques au cours de l'endommagement par les cycles de gel-dégel, y sont présentés et analysés. A la dernière partie de ce chapitre, une discussion sur la relation entre les propriétés physiques et mécaniques des pierres à l'état initial et leurs taux et vitesse d'endommagement est présentée, afin de proposer différents comportements d'endommagement.

Enfin, une synthèse des résultats de cette étude ainsi que des perspectives de recherche envisagées sont présentées en conclusion.

## **CHAPITRE 1. ETAT DE L'ART**



## I. INTRODUCTION

L'altération du patrimoine bâti peut prendre différentes formes. Dans le cas d'une altération par des cycles de gel-dégel, les pierres de construction subissent principalement des fissurations, générées par des contraintes mécaniques. L'amorçage et la propagation de fissure au sein des édifices peuvent engendrer d'autres types d'altération comme des éclatements, des desquamations ou écaillages, qui sont dus à une fissuration parallèle à la surface de la pierre (Figure 1-1).

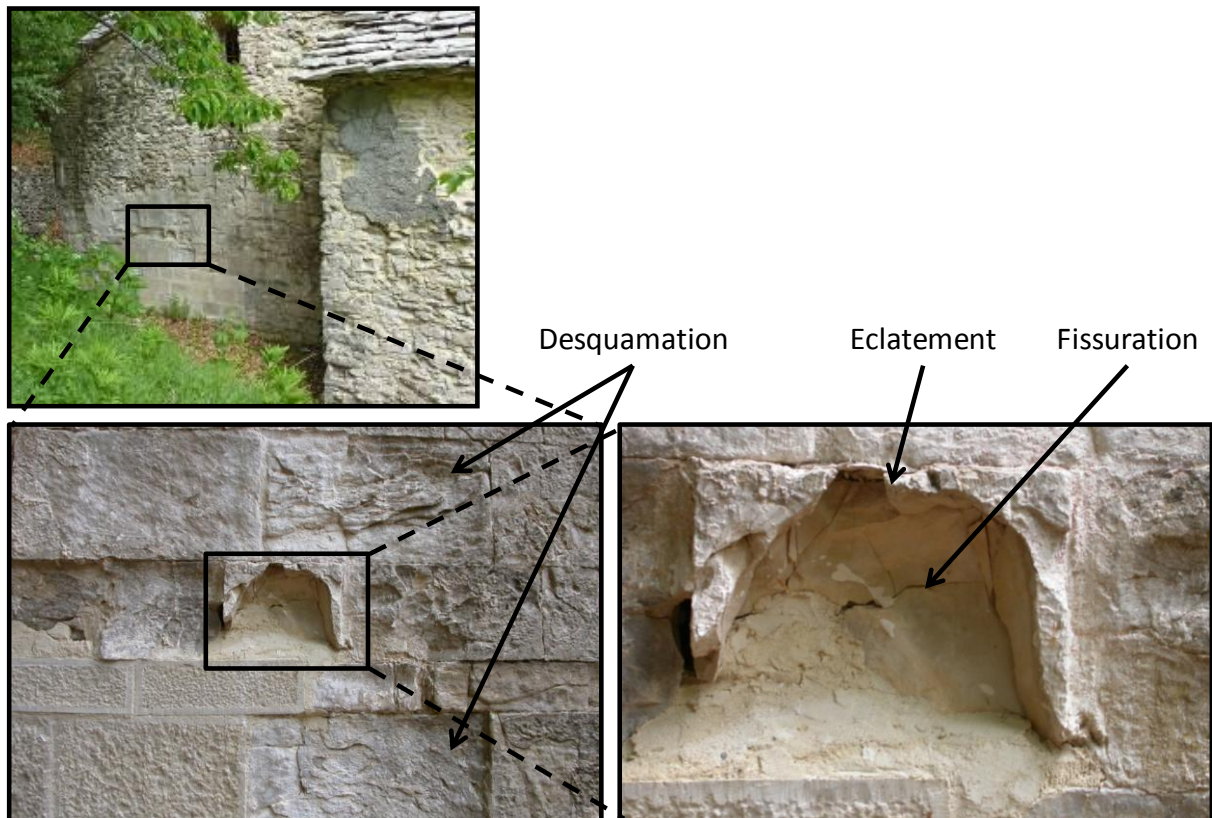


Figure 1-1 : Exemple d'altération : façade et détails de l'abbaye de Notre-Dame de Lure (source LRMH)

Dans un but de durabilité du patrimoine bâti et de compréhension de mécanisme d'altération, la formation des fissures est étudiée sur cinq pierres calcaires aux propriétés intrinsèques variées, sous des conditions environnementales précises, la combinaison de l'action de l'eau et de la température : les cycles de gel-dégel.

Ce chapitre consiste en une présentation générale des pierres calcaires, des mécanismes d'altération induit par les cycles de gel-dégel menant à la fissuration ainsi que l'approche expérimentale choisie pour ces travaux de recherche.

## II. LES PIERRES NATURELLES : LES CALCAIRES

Les pierres naturelles utilisées pour la construction proviennent quasi exclusivement de roches de formation géologique. Quatre grandes familles de roches existent :



- les roches magmatiques volcaniques, comme le basalte
- les roches magmatiques plutoniques, comme le granite
- les roches métamorphiques, comme le marbre
- les roches sédimentaires, comme les calcaires.

Les roches calcaires sont les matériaux naturels, composés d'au moins 50% de calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) (Martinet, 2008), qui ont été le plus exploités pour la construction de monuments et de bâtis ruraux et urbains en France.

## II.1. Description de la microstructure des calcaires

Les calcaires sont constitués de deux fractions différentes : les éléments et la phase qui lie ces éléments entre eux.

Les éléments constitutifs du calcaire sont de natures diverses selon la classification modifiée de Folk (1959) chez Flügel (1982) (Figure 1-2) mais quatre familles d'éléments se distinguent :

- les *biophysico-chimiques* : ils sont issus de la précipitation directe de la calcite, avec l'intervention de micro-organismes comme des bactéries et ils forment soit des corps de fines couches concentriques : oolithes, oncolithes, soit des masses ovoïdes de calcite microcristalline : pelletoides ;
- les *biologiques* : la roche est complètement construite par des organismes comme des coraux et peut contenir des fractions de squelettes ;
- les *détritiques* : ils viennent de la sédimentation d'élément d'une roche préexistante qui a subi une érosion et un transport comme le quartz ;
- les *biodétritiques* : ce sont des débris d'organismes, par exemple des bioclastes, dont l'accumulation constitue la totalité des éléments figurants dans un calcaire : entroques, lamellibranches, etc.

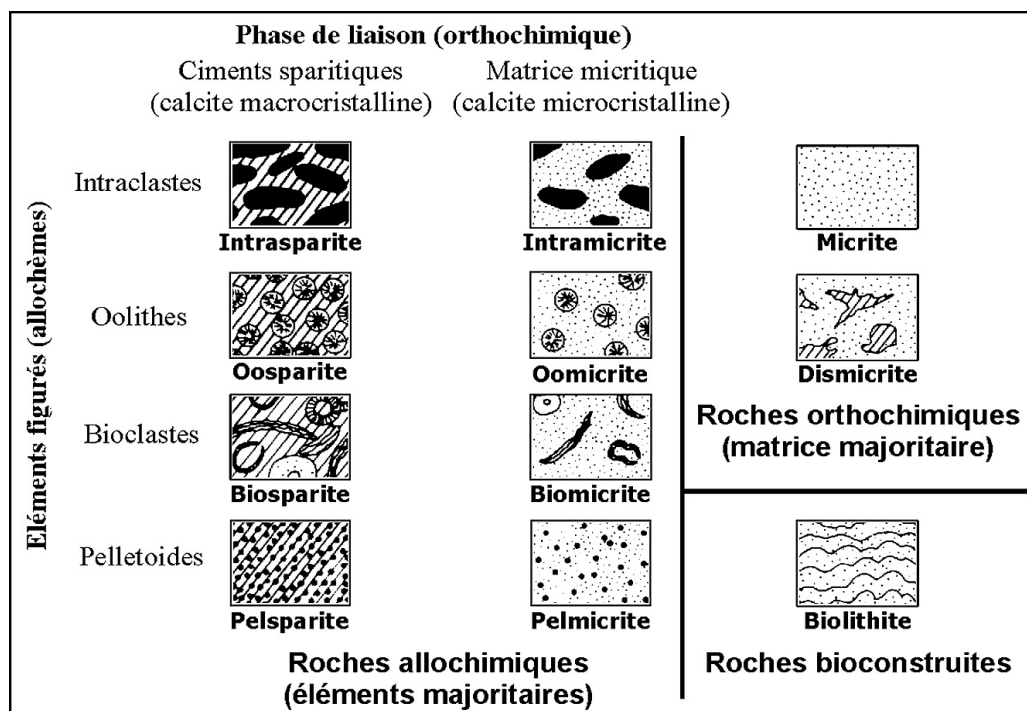


Figure 1-2 : Classification modifiée de Folk (1959) dans Flügel (1982)

La phase de liaisons se présente sous deux formes (Figure 1-3) :

- une *matrice micritique*, ancienne boue recristallisée en petits grains inférieure à 4  $\mu\text{m}$ , qui supporte les éléments ; elle peut être d'origine chimique ou biologique (action des bactéries) (Fronteau, 2000).
- un *ciment sparitique* en cristaux d'une taille de 10  $\mu\text{m}$  jusqu'à 4 mm, qui lie les grains ; les ciments sparitiques cristallisent dans les espaces entre les éléments et assurent la cohésion du calcaire ; il existe trois grands types de ciment sparitique :
  - le *ciment palissadique*, qui se forme précocement et assure une induration du sédiment et limite sa compaction, il peut se développer autour de tous types d'éléments, et de façon générale, il obture partiellement la macroporosité intergranulaire ;
  - la *calcite de blocage* se forme plus tardivement et elle obture la totalité de la macroporosité entre les grains et rend ainsi le calcaire très compact ;
  - le *ciment syntaxique* se forme à partir des fragments d'échinodermes, il peut obturer toute la macroporosité intra et intergranulaire. (Fronteau, 2000).

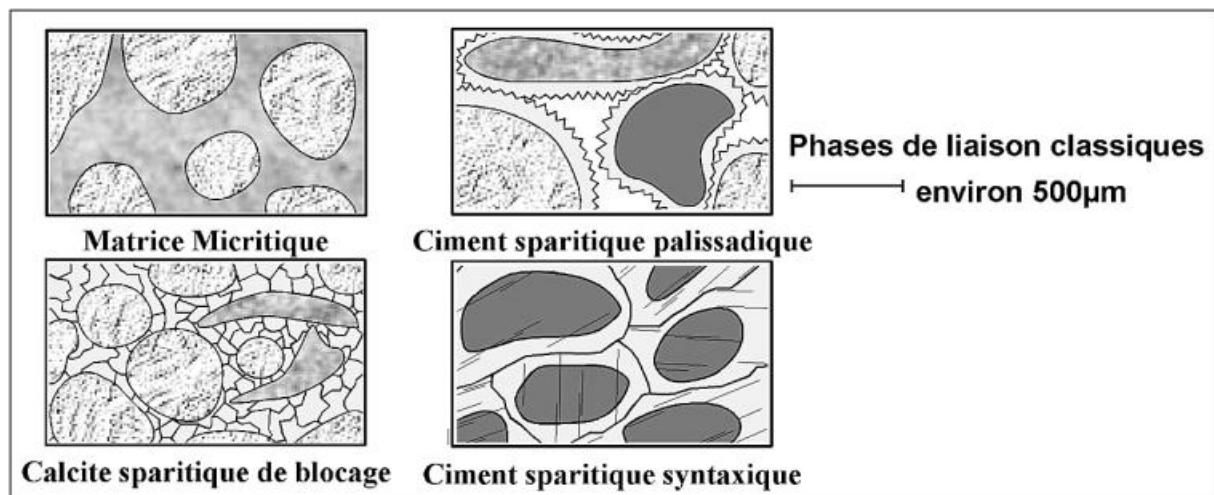


Figure 1-3 : Phases de liaison classiques (Fronteau, 2000)

Outre leurs compositions minéralogiques, les calcaires sont caractérisés par leurs porosités, il s'agit de la première forme de discontinuité de la pierre. La porosité correspond au volume total occupé par les vides divisé par le volume total de la pierre. Elle confère à la pierre une rugosité de surface, une dureté superficielle, une résistance mécanique et une vulnérabilité chimique en raison de la capacité des fluides à pénétrer la pierre. La taille des grains et leurs arrangements spatiaux génèrent soit des vides de différentes tailles des plus fins aux plus grossiers, soit des vides de taille régulière. Cette structure porale conditionne les transferts de fluide, soit les pores sont isolés et non communicants soit au contraire les pores sont directement connectés les uns aux autres favorisant le transfert de fluide. La valeur de la porosité peut être extrêmement variable d'un calcaire à l'autre : de quelques pourcents à plus de 50%.

Il existe différentes classifications de la porosité en fonction de la taille moyenne des pores, de la dimension et de la forme des pores ; de la dépendance ou non avec la sédimentation initiale (Choquette et Pray, 1970) ou encore de la connectivité des pores entre eux (Fronteau, 2000).

Trois classes de pores, qui sont basées sur la taille moyenne des pores, ont été définies (Casteleyn, 2010) : la microporosité (diamètre des pores  $< 1 \mu\text{m}$ ) ; la mésoporosité (diamètre des pores de 1 à  $10 \mu\text{m}$ ) ; la macroporosité (diamètre des pores  $> 10 \mu\text{m}$ ).

Selon le classement de Choquette et Pray (1970) (Figure 1-4), il existe deux catégories de porosité : la porosité liée à la sédimentation initiale et la porosité indépendante à cette sédimentation initiale.

La porosité liée à la sédimentation initiale correspond à une *porosité de pore*, c'est-à-dire que les pores sont des vides en trois dimensions de quelques nanomètres jusqu'à une dizaine de centimètres. Dans cette catégorie, il existe différents types de porosité : la *porosité intergranulaire* représente les vides présents entre les différents constituants de la pierre, ce sont le plus souvent des macropores non occlus ; la *porosité intragranulaire* est contenue dans les particules constitutives du calcaire, en général, il s'agit de microporosité ; la *porosité intercristalline* est surtout présente dans les calcaires dolomitiques, c'est une microporosité entre les cristaux de la matrice micritique ; la *porosité moldique* est une macroporosité obtenue après dissolution d'aragonite (coquilles de gastéropode), de calcite ou de dolomite.

La porosité indépendante de la sédimentation initiale est une porosité secondaire ou acquise au cours du temps par dissolution ou fracturation. Il existe aussi pour cette catégorie, différents types de porosité : la *porosité de fracture* (ou *de fissure*) est une porosité en deux dimensions, car deux de ces dimensions sont très largement supérieures à la troisième ; la *porosité stylolithique* résulte de figure de compaction formée par pression de dissolution ; les *canaux de dissolution* sont cylindriques et résultent de la dissolution de la roche par des eaux sous saturées en calcite ; la *porosité karstique* représente des pores de type caverneux de plusieurs mètres, ce genre de porosité existe seulement dans les carrières.

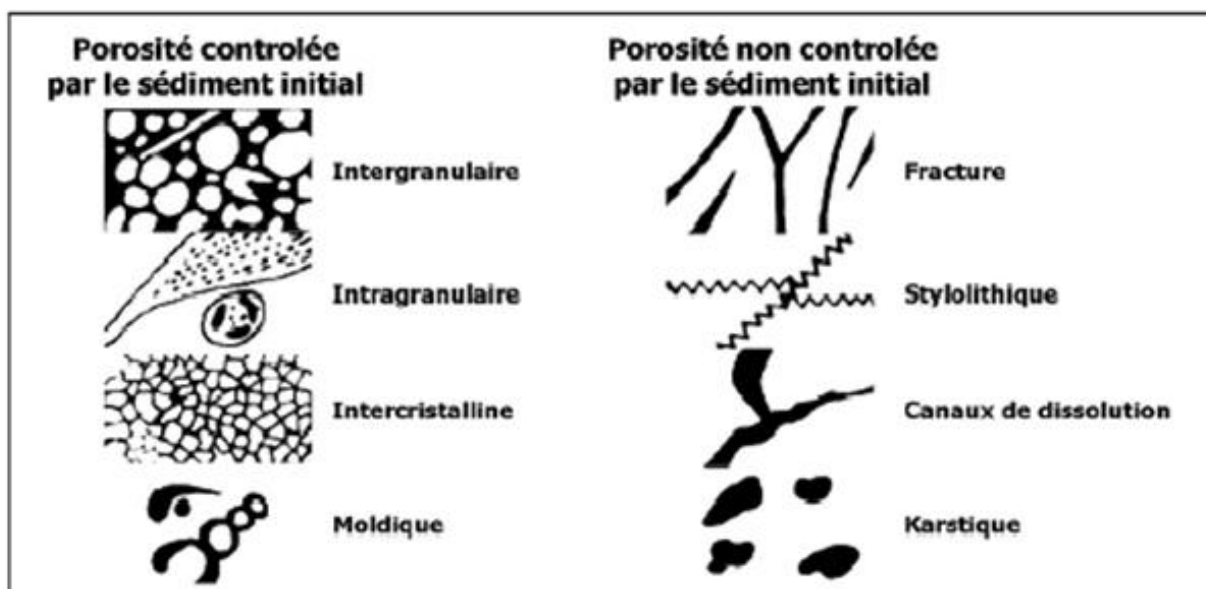


Figure 1-4 : Les différents types de porosités d'après Choquette et Pray (1970)

La porosité peut aussi être définie en fonction de la connectivité entre les pores : la *porosité occlue* est complètement déconnectée du réseau poreux et non accessible aux fluides, dans les calcaires, ce type de porosité est négligeable (Rémy, 1993) ; la *porosité libre* peut se

saturer en fluide mouillant et celui-ci est complètement restitué lors du séchage ; la *porosité piégée*, quant à elle, a le comportement inverse car soit elle ne se sature pas en fluide lors de l'imbibition, de l'air est piégé dans le pore, soit elle ne restitue pas les fluides lors du séchage ; les pores de la porosité piégée sont des pores à trois dimensions dont les tailles d'accès peuvent être réduites par rapport à la dimension totale du pore (Figure 1-5) ; la *porosité interconnectée* ou *non connectée* : les pores peuvent être connectés entre eux par des pores capillaires de forme globalement cylindrique, cela donne un mauvais degré de connexion ou alors ils se connectent directement les uns avec les autres avec un fort degré de connexion.

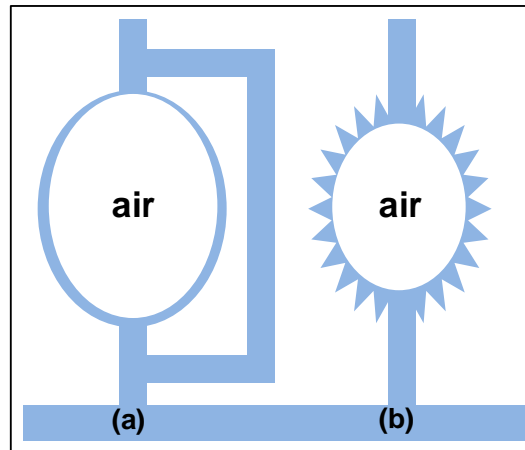


Figure 1-5 : Piégeage de l'air d'après Bousquie (1979) (a) par dérivation (b) par la rugosité

## II.2. Les défauts dans les pierres calcaires

L'existence d'hétérogénéités ou de discontinuités dans la pierre lui donne un comportement non uniforme face aux sollicitations extérieures.

Nicholson et Nicholson (2000) ont proposé un dossier graphique détaillant les défauts préexistants dans dix types de pierres sédimentaires. Ils ont classé ces défauts sous deux catégories, les défauts primaires et les défauts secondaires.

Les défauts primaires regroupent les défauts dans la structure de dépôt, les variations lithologiques et les inclusions. La forme de discontinuité la plus importante dans la pierre est représentée par les défauts de structure de dépôt, c'est-à-dire les vides intérieurs qui existent entre les minéraux constitutifs et qui constituent la porosité. Les litages sont un autre type de défaut de structure et ils sont présents chez beaucoup de pierres calcaires. Les litages correspondent à un lit perpendiculaire au sens du dépôt plus ou moins marqué dans la roche. Les particules se sont déposées à plat de façon plus ou moins dense puis transformées pour former la roche. Les éléments sont orientés quasiment tous dans la même direction et ils déterminent une succession de plans de feuilletage, alternativement poreux et compacts en fonction des conditions de sédimentation. Ce type de discontinuité dans la structure de la roche lui confère des plans de faiblesse susceptibles de se fissurer. La présence d'inclusion comme des macrofossiles ou des fragments de coquilles fragilise aussi la pierre en diminuant la cohésion du matériau.

Les défauts secondaires regroupent les effets diagénétiques et métamorphiques, les effets des intempéries et les fractures. Les défauts dus aux effets diagénétiques et métamorphiques sont apparus au cours du temps. Ce sont des veines minérales

cristallisées, des fissures cicatrisées, des clivages, des stylolites, des feuilletés. Les défauts dus aux effets des intempéries sont des décolorations, des taches ou des dissolutions de matière. Les fractures, discontinuités dans le matériau peuvent être à faible ou forte amorce de rupture.

Nicholson et Nicholson (2000) ont proposé quatre modes d'endommagement des roches soumises à des cycles de gel-dégel en fonction de leurs propriétés et de la présence de défauts (le quatrième mode concernant les grès ne sera pas présenté ici).

Le premier mode d'endommagement s'applique aux pierres avec une résistance mécanique élevée et donc une porosité faible (Winkler, 1994), la présence de défauts préexistants crée localement des zones de faible résistance. Les défauts fournissent des itinéraires préférentiels de pénétration de fluides, qui dans le cas de gel-dégel, sont essentiels à la détérioration. Les défauts sont donc exploités, mais la dégradation qu'ils peuvent engendrer reste minime.

Le deuxième mode d'endommagement s'applique aux pierres dites tendres, c'est-à-dire avec une faible résistance mécanique et une forte porosité. La structure de la pierre est telle que les défauts n'interviennent pas de façon significative dans l'altération par le gel.

Le troisième mode concerne les pierres modérément faibles et moyennement fortes. Il s'agit d'un régime transitoire entre les modes 1 et 2 ; certains dommages sont attribués aux défauts et d'autres à la résistance mécanique de la pierre.

Les défauts préexistants sont donc importants pour les pierres dures et leurs influences diminuent pour les roches tendres où d'autres propriétés de la pierre interviennent.

### **II.3. Comportement mécanique des calcaires sous sollicitation uniaxiale**

Les propriétés mécaniques des pierres dépendent de leurs microstructures ainsi que de leurs minéralogies. Ces propriétés se divisent en deux catégories (Homand, 2000) : les déformabilités sous l'effet de sollicitations mécaniques et les résistances à des sollicitations mécaniques en compression ou en traction, définissant des critères de rupture.

Le comportement mécanique des pierres calcaires en compression uniaxiale est décrit par une courbe de contrainte-déformation (Figure 1-6). Il existe différentes étapes sur cette courbe. La première correspond à un comportement non linéaire causé par une diminution du volume due à la fermeture de microfissures préexistantes et de vides. Cette étape est suivie d'une phase linéaire qui correspond à une déformation linéaire jusqu'à un niveau de contrainte correspondant à l'apparition de microfissures. Cette phase linéaire permet de calculer le module d'Young et le coefficient de Poisson. Les microfissures apparues sont parallèles à la contrainte de compression et ne modifient pas la rigidité axiale, les dommages sont donc peu visibles sur la courbe contrainte-déformation. Pour un niveau de contrainte plus élevée, la microfissuration devient instable, c'est-à-dire la formation de fissure n'est plus indépendante, les champs de contraintes locales interagissent entraînant la coalescence des microfissures. Lorsque la charge maximale est atteinte, il y a croissance de fissures, résultant de la coalescence des microfissures, jusqu'à atteindre la rupture fragile de la pierre (Eberhardt, 1999 ; Ludovico-Marquès, 2012). Les valeurs des propriétés de rupture et élastique peuvent être variables d'un calcaire à l'autre. La résistance à la rupture en compression uniaxiale varie de 5 à 220 MPa. Le module d'Young varie de 5 à 60 GPa et le coefficient de Poisson de 0,25 à 0,30.

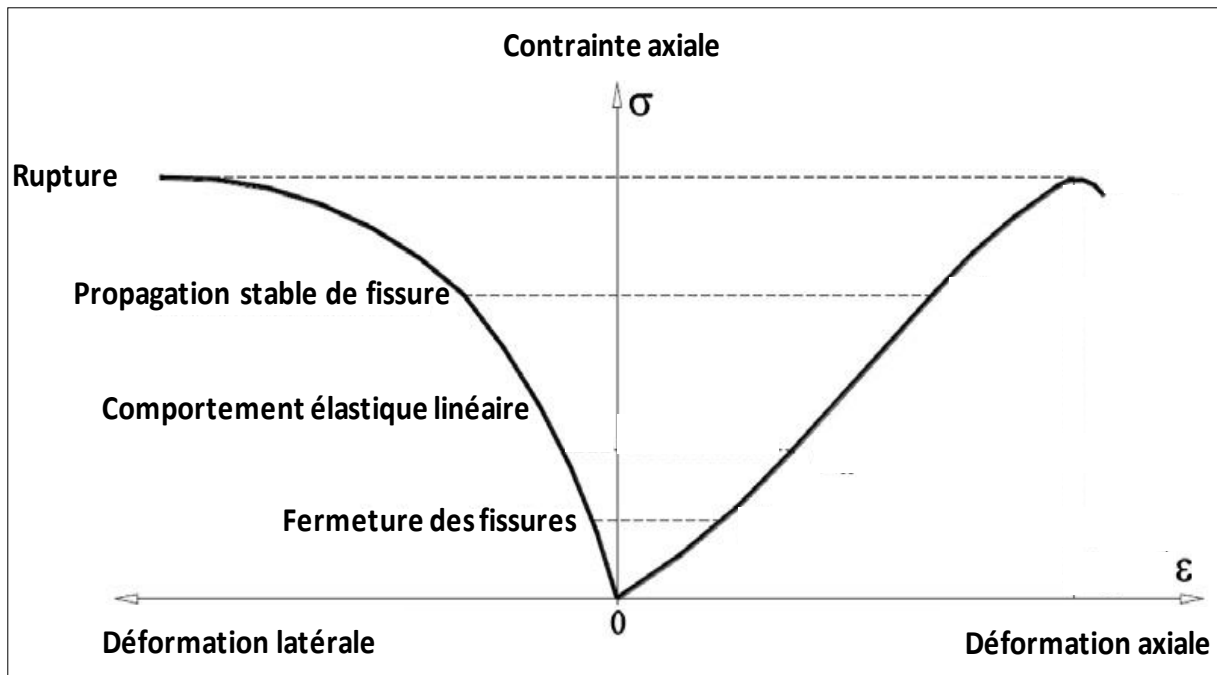


Figure 1-6 : Evolution de la contrainte en fonction des déformations axiale et latérale sous chargement uniaxial de compression

Le comportement mécanique des pierres calcaires en traction, en méthode indirect par fendage, montre une pente linéaire jusqu'à la rupture. La plage de variation de résistance à la traction est de 1 à 20 MPa. La résistance en traction est plus faible que la résistance en compression, il y a un rapport de 10% entre les valeurs de résistance en compression et en traction (Homand, 2000).

### III. L'ALTERATION DE PIERRES CALCAIRES PAR LE GEL

Les pierres calcaires, étant des matériaux poreux, sont susceptibles d'être traversées ou contenir des fluides. Lorsque ce fluide est de l'eau et que les conditions environnementales sont adéquates, il y a gel de cette eau, générant des contraintes au sein de la pierre. Le gel s'effectue selon plusieurs mécanismes complexes qui peuvent interagir entre eux. Les contraintes générées sont liées à l'action conjointe de l'augmentation volumique pendant la formation de la glace et des migrations d'eau non gelée.

#### III.1. Formation de la glace dans les milieux poreux

La cristallisation de la glace est une réaction exothermique, qui se fait en deux étapes, la nucléation et la croissance des cristaux. La formation de glace à partir d'un volume d'eau libre à pression atmosphérique démarre à partir de 0°C (Figure 1-7). Cependant, l'eau contenue dans les pores de la pierre commence à geler à des températures inférieures à 0°C, c'est le phénomène de surfusion. La principale cause de réduction de la température de congélation est la dimension des pores au sein de la pierre qui modifient les conditions de pression.

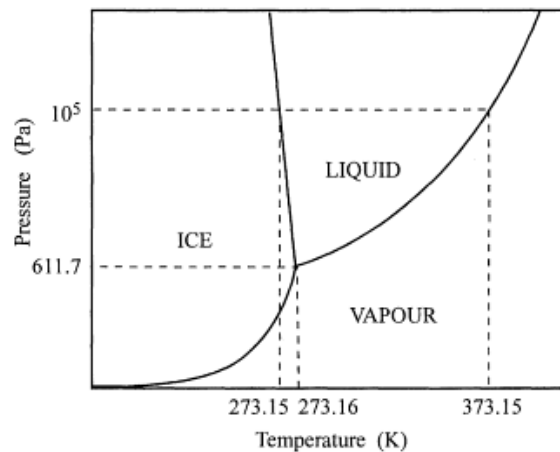


Figure 1-7 : Diagramme de phase de l'eau (Petrenko, 1999)

Lorsque les conditions de température et de pression sont adéquates, un processus de nucléation est amorcé (Llibouty, 1964). Si le changement de phase se fait dans de l'eau pure en milieu infini, il s'agit d'une nucléation homogène, créée par un agrégat de molécule d'eau de configuration similaire à la glace. Par contre, si des impuretés sont présentes ou s'il y a un effet de paroi, il se produira une nucléation hétérogène, qui est un phénomène difficilement prévisible, à une température comprise entre la température d'équilibre liquide-solide et la température de nucléation homogène. Une fois la nucléation amorcée, les molécules d'eau libre se regroupent autour des « nucléi » isolés et croissent sur la surface puis en profondeur, on obtient ainsi de la glace dite de type  $I_h$ .

La glace  $I_h$  est composée de molécules d'eau reliées par des liaisons hydrogène et disposées dans un réseau hexagonal (Figure 1-8), dont les paramètres de maille à 0°C sont  $a = 4,519 \text{ \AA}$  et  $c = 7,357 \text{ \AA}$ . Il y a quatre molécules d'eau par cellule unitaire, soit une densité de  $3,074 \cdot 10^{28}$  molécules par  $\text{m}^3$ , ce qui est équivalent à une densité de 0,9197 (Petrenko, 1999). Cette densité de la glace à 0°C revient à une augmentation volumique de 9,1% par rapport à l'eau liquide.

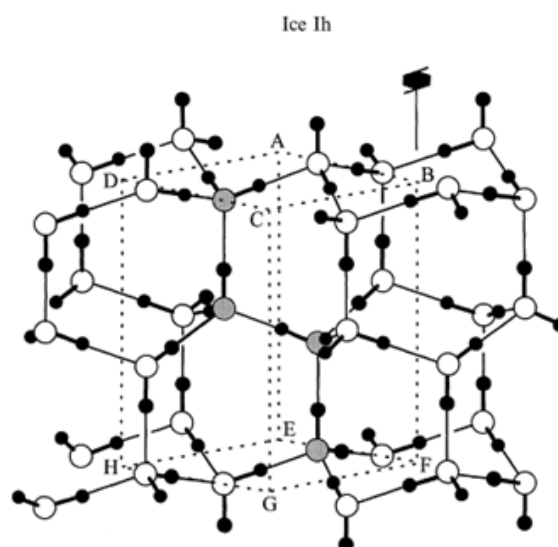


Figure 1-8 : Structure cristalline de la glace  $I_h$  (atomes d'hydrogène en noir ; atomes d'oxygène en blanc ; atomes grisés pour les quatre atomes contenus dans une cellule unitaire de structure moyenne ABCDEFGH)

Les conditions de température et de pression adéquates à la formation de la glace sont dépendantes de la taille des pores du matériau (Prick, 1996). Quand la cristallisation de la glace commence dans les macropores, l'eau dans les pores plus petits est toujours à l'état liquide. Il existe différentes explications à la présence de cette eau non gelée.

- La force d'attraction entre l'eau et la paroi du pore de petite taille est supérieure à celle existant dans les macropores. Cela est dû à la quantité plus importante de molécules d'eau en contact avec la paroi. Cette force attractive maintient les molécules d'eau et empêche le réarrangement des molécules pour former la structure cristalline de la glace, qui est pourtant la forme la plus stable à basse température (Hobbs, 1974).
- La pression dans les pores plus petits abaisse la température de congélation (Fagerlund, 1971).
- Pour démarrer la cristallisation de la glace dans un volume d'eau défini, il faut un nombre suffisant de nucléus (Chahal, 1965). Cependant plus le volume d'eau est faible, plus le nombre de nucléus est faible et donc la probabilité de cristallisation de la glace est faible.

Une relation théorique entre le rayon du pore et la température de congélation est établie selon une équation modifiée de Kelvin (Defay, 1966 ; Fagerlund, 1993) :

$$r_{\theta} = \frac{-2.\sigma.M_w}{\rho_w.\Delta H.\ln\frac{T_0 - \Delta T}{T_0}} + t \quad (1-1)$$

avec  $r_{\theta}$  rayon du pore cylindrique (m),  $\sigma$  tension superficielle eau-air ( $N.m^{-1}$ ),  $M_w$  poids moléculaire de l'eau ( $kg.mol^{-1}$ ),  $\rho_w$  densité de l'eau libre ( $kg.m^{-3}$ ),  $T_0$  point de congélation de l'eau libre (K),  $\Delta T$  point congélation abaissé (K),  $\Delta H$  chaleur molaire de fusion de l'eau ( $J.mol^{-1}$ ) ( $\Delta H$  est une fonction de la température),  $t$  épaisseur de la couche d'eau non gelée adsorbé (m).

La relation entre la taille des pores et la température de congélation a été étudiée par d'autre auteur et est illustrée par la Figure 1-9. Blachère (1972) a trouvé que pour des pores dont le diamètre est compris entre 0,005 et 0,01  $\mu m$ , le gel démarre entre -8 et -7°C ; et pour les pores dont le diamètre est compris entre 0,02 et 0,2  $\mu m$ , la température de congélation est comprise entre -3 et 0°C. Tourenq (1970) a trouvé que pour les pores de diamètre inférieur à 0,007  $\mu m$ , le gel démarre entre -20 et -10°C et pour les pores de diamètre supérieur à 0,03  $\mu m$ , la température de congélation est comprise entre -4 et -2°C.

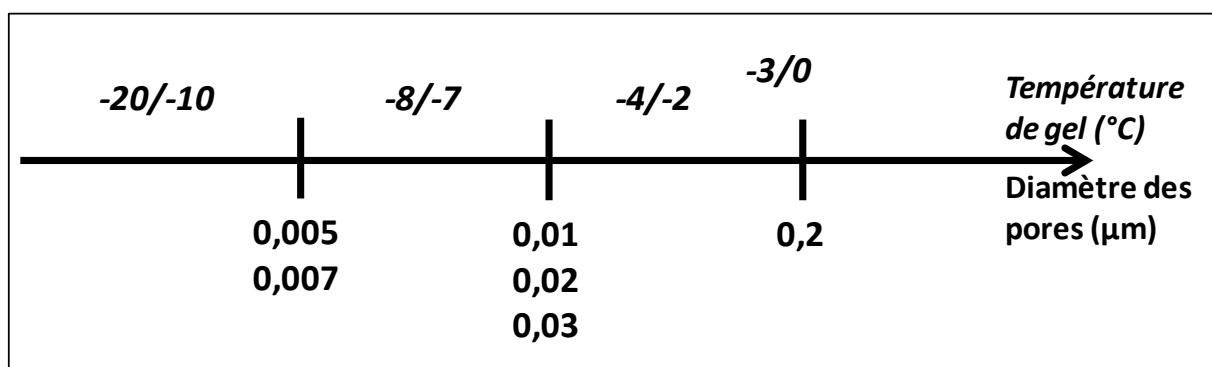


Figure 1-9 : Température de gel en fonction du diamètre du pore



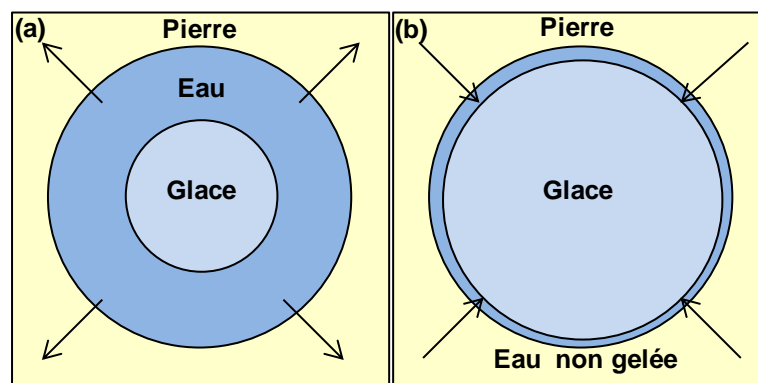
### III.2. Les mécanismes de dégradation liés au cycle de gel-dégel

La dégradation des pierres par le gel est la conséquence de plusieurs phénomènes physiques : les contraintes thermiques, l'expansion volumique liée à la transformation de l'eau en glace et la migration de l'eau non gelée.

- Les variations de température cycliques provoquent des dilatations et des contractions micrométriques de la pierre. Le coefficient de dilatation thermique d'un calcaire est de quelques  $\mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ . Les sollicitations thermiques peuvent créer un effet de fatigue menant à la formation de microfissure dans le matériau. Cependant, ces sollicitations thermiques peuvent être considérés comme négligeables en présence d'eau dans le milieu poreux de la pierre (Tourenq, 1970).

- Lors du passage de l'état liquide à l'état solide de l'eau, une augmentation volumique de 9,1 % est observée. Cette augmentation volumique génère des contraintes au sein du matériau. Mais celles-ci ne sont pas uniquement responsables du processus d'altération par le gel. Beaudoin (1974) a montré que si l'eau est remplacée par du benzène pour la saturation d'un matériau, le matériau présente autant de dommage après des cycles de gel-dégel alors que le benzène se contracte lors de sa solidification. Cela signifie que les contraintes menant à la dégradation du matériau, ont une autre origine.

- Pendant la transformation d'eau en glace, toute l'eau ne gèle pas au même instant en raison des conditions de pression dans les pores. Dans les macropores où la croissance de la glace a démarré, deux étapes sont identifiables. La première correspond à la croissance du cristal de glace dans le pore. Cette formation de glace génère une pression de cristallisation. L'eau encore liquide et présente dans le pore s'écoule dans le réseau poreux pour soulager partiellement cette pression (Figure 1-10 (a)). Lorsque le cristal de glace a atteint une taille critique dans le pore, il reste un film d'eau non gelée entre la glace et les parois du pore (Figure 1-10 (b)). Ce film d'eau non gelée réagit comme un ménisque et crée un phénomène de succion. L'eau encore liquide dans le réseau poreux migre donc vers la glace générant des pressions importantes (Vlahou, 2010). Il s'agit du phénomène de cryosuccion.



**Figure 1-10 : (a) Croissance de la glace à l'intérieur du pore et expulsion de l'eau dans le réseau poreux  
(b) Un film d'eau non gelée entre la pierre et la glace crée un phénomène de succion et le sens de migration de l'eau non gelée est inversé (d'après Vlahou, 2010)**

Le mouvement de l'eau non gelée dans le matériau pendant les phases de gel génère des contraintes par des pressions capillaires et des pressions hydrauliques.

Les pressions capillaires sont initiées par l'expansion de la glace des macropores dans les pores capillaires et par la migration de l'eau non gelée vers le front de gel pour atténuer le déséquilibre thermodynamique entre l'eau non gelée et la glace (Everett, 1961).

Les pressions hydrauliques sont provoquées par la résistance au déplacement de l'eau en surfusion au sein du matériau. Il existe différentes théories sur le sens de migration de l'eau en surfusion et les raisons de cette migration. Soit la migration de l'eau se fait de la surface vers le cœur de la pierre, l'eau non gelée est poussée par l'expansion volumique de la glace (Powers, 1956). Soit la migration de l'eau en surfusion se fait du centre vers la surface et les macropores par succion à cause de la différence de pression de vapeur entre l'eau non gelée et la glace (Litvan, 1978) ou à cause de la différence de pression osmotique, due à la différence de concentration des ions en solution, entre les capillaires non gelés et les macropores en train de geler (Powers, 1953).

Lorsque ces contraintes sont supérieures à la résistance de la pierre, il y a fissuration dans la microstructure et à l'échelle macroscopique, il y a gélifraction.

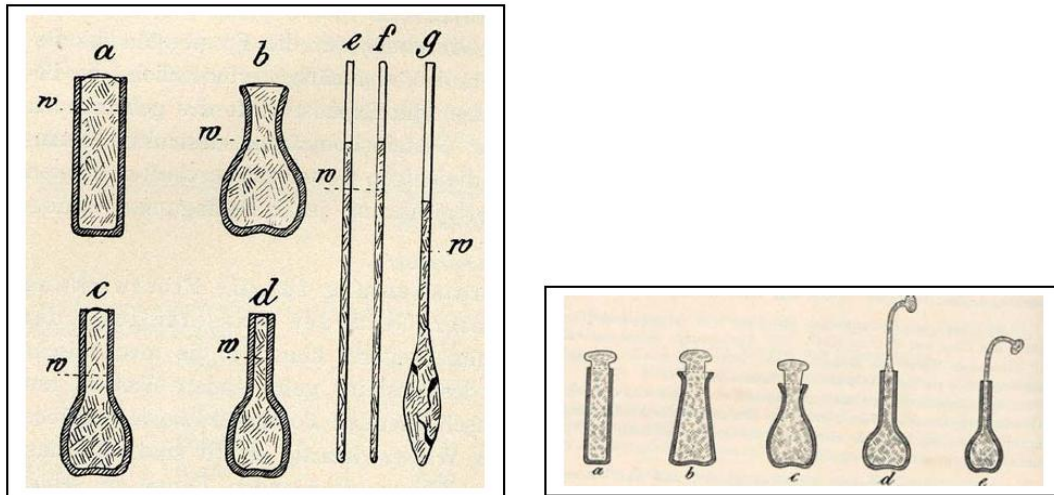
Le mécanisme de dégradation engendré par la formation de la glace dans un milieu poreux n'est cependant pas certifié. Les modèles s'appuient sur des résultats expérimentaux qui sont en accord avec les hypothèses mais aucun n'a été démontré à cause de la complexité des régimes thermiques et hydriques. L'action des pressions hydrauliques est difficile à estimer à cause du conflit des cinétiques de migration de l'eau et du front de gel et les pressions capillaires s'appuient sur l'hétérogénéité du réseau poreux ce qui n'est pas le cas de toutes les pierres. Il faut aussi prendre en compte la durée et la vitesse du gel qui peuvent influencer le mécanisme de dégradation. Un gel rapide limite le temps de migration de l'eau non gelée dans le réseau poreux, dans ce cas l'augmentation volumique due au changement de phase est favorisée (Matsuoka, 2001). Dans le cas d'un gel lent, l'eau non gelée a le temps de se déplacer au sein de la pierre, les théories des pressions hydrauliques et capillaires peuvent s'appliquer (Chen, 2004).

### **III.3. Paramètres influençant la résistance au gel des pierres**

Le réseau poreux conditionne la saturation en eau du matériau et les conditions de gel. Le type de réseau poreux peut avoir de l'influence sur le gel. Un réseau poreux hétérogène, avec donc une distribution de taille de pore variée, est plus sensible à la microfissuration due aux pressions capillaires lors de l'avancée du front de glace (Rémy, 1993). Un réseau poreux bimodal induit une porosité piégée élevée qui peut protéger la pierre des dommages du gel, grâce à la dissipation des contraintes dues au gel (Bellanger, 1993). Cependant, un réseau bimodal favorise la migration d'eau non gelée au sein du matériau (Prick, 1997).

L'influence du degré de saturation a été proposée par Hirschwald (1908). Il a constaté que les matériaux saturés par simple immersion dans l'eau ne sont quasiment pas affectés par le gel alors que les matériaux après saturation sous vide sont rapidement endommagés. Fagerlund (1972), en accord avec les résultats de Hirschwald, a trouvé qu'il existait des coefficients de saturation critiques pour les matériaux poreux. En effet, les échantillons avec un degré de saturation en eau supérieur à une certaine valeur critique, ont tous été fortement endommagés par des cycles de gel-dégel, tandis que les échantillons avec une saturation inférieure à la valeur critique, restaient intacts. Si seule l'augmentation volumique de la glace

est prise en compte, théoriquement, la valeur critique du coefficient de saturation serait de 91%. Cependant, cette valeur a été remise en cause par des observations sur un grand nombre de pierres différentes, Hirschwald a donc abaissé la valeur du coefficient de saturation critique à 80%. Mais il existe toutefois des exceptions. Certaines pierres peuvent être endommagées pour une saturation à 70% alors que d'autres ne sont pas touchées pour une saturation supérieure à 80%. Hirschwald a exposé que lors de la congélation de l'eau dans des vases, la glace pouvait être extrudée à partir de l'ouverture (Figure 1-11). Il a également montré que la glace peut de la même manière être extrudée par les pores, pour certains types de pierre.



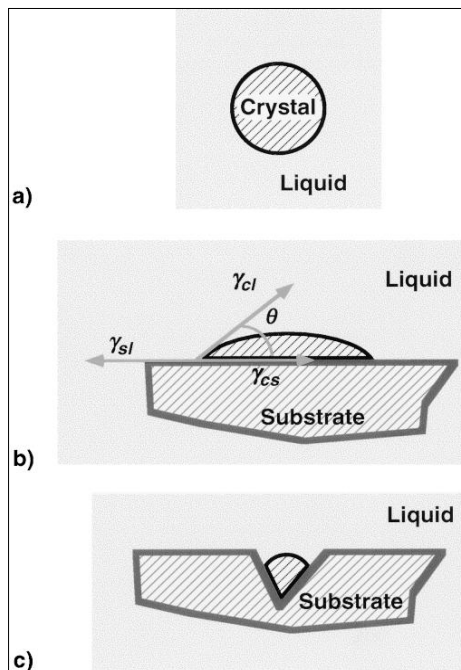
**Figure 1-11 : Expériences de Hirschwald sur les dégâts du gel (extrait Hirschwald, 1908) ; Dessin de gauche décrit l'influence de pores reliés à des capillaires ; Dessin de droite montre la glace extrudée à travers l'ouverture et formée à la surface**

Plus récemment, l'étude sur les effets du degré de saturation initial en eau de tuffeau soumis à des cycles de gel-dégel a été reprise par Chen (2004). Il a trouvé une valeur du taux de saturation critique à 70%. Pour les pierres saturées en dessous de 70% les effets du gel sont minimales alors que pour les pierres saturées à plus de 70%, les propriétés de la pierre sont modifiées. Toutefois, la valeur limite du coefficient de saturation proposé par les normes pour la résistance des pierres naturelles au gel est toujours comprise entre 75% et 80%.

Les propriétés de transfert ont une influence sur l'altération par le gel. Elles sont définies par la microstructure de la pierre et représentent sa capacité à se saturer et à se laisser traverser par un fluide. La capillarité est liée à la circulation d'eau libre dans le réseau poreux et la perméabilité, quant à elle, est liée à la migration forcée de l'eau au sein du matériau (Saad, 2010). La migration de l'eau non gelée dans la pierre pendant la phase de gel est un phénomène important et du quel dépend la puissance des dommages. En effet, la migration de l'eau plus ou moins rapide au sein de la pierre vers le front de glace va permettre la formation de plus ou moins de glace et le développement plus ou moins important de contrainte. Ainsi, une capillarité importante peut permettre d'avoir un apport d'eau de façon régulière pendant les cycles de gel-dégel (Thomachot, 2002) et augmenter la dégradation. Et, une perméabilité faible peut être défavorable dans le cas d'un gel rapide car elle va limiter les déplacements de l'eau pendant le gel et donc augmenter les pressions

hydrauliques au sein du pore; par contre, dans le cas d'un gel plus long, la faible perméabilité devient favorable en permettant de limiter le phénomène de cryosuccion.

Les défauts présents dans la microstructure des pierres peuvent aussi influencer le gel au niveau de la formation de nucléi, nécessaire à la formation de la glace (Figure 1-12). La nucléation homogène nécessite la formation du cristal à partir du liquide pur. La nucléation hétérogène se fait lorsque l'angle de contact,  $\theta$  entre le cristal et le substrat (paroi des pores ou impuretés), c'est le type de nucléation que l'on retrouve lors de gel de matériaux poreux. Les défauts dans la microstructure tels que les fissures, les cavités, sont, quant à eux, des sites privilégiés pour la nucléation hétérogène, car ils maximisent le contact entre le substrat et le cristal (Scherer, 1999).



**Figure 1-12 : Nucléation de cristaux (a) nucléation homogène (b) nucléation hétérogène (c) nucléation hétérogène en présence de défaut (extrait de Scherer (1999))**

Enfin la résistance mécanique de la pierre n'influence pas le gel mais conditionne la capacité de la pierre à résister aux pressions générées par le gel. Il faut donc que sa résistance mécanique et en particulier, sa résistance à la traction soit supérieure aux pressions développées par la cristallisation de la glace et son augmentation volumique et par les pressions hydrauliques et capillaires, liées au déplacement de l'eau.

En plus des propriétés intrinsèques de la pierre, les conditions environnementales du gel ont une influence sur l'action du gel ; par exemple si le gel est rapide, il n'y a pas de migration au sein de la pierre par une mise en pression rapide de l'eau non gelée à cause de l'avancée du front de glace.

L'altération par des cycles de gel-dégel est donc complexe et dépend des propriétés structurales et mécaniques des pierres, ainsi que des conditions climatiques (Figure 1-13). La nature du réseau poreux (type de porosité), les propriétés de transfert et mécaniques, l'état de saturation (totale ou partielle) et les conditions de gel (température minimale, vitesse de refroidissement ...) contrôlent le gel et donc le développement des contraintes au sein du matériau.

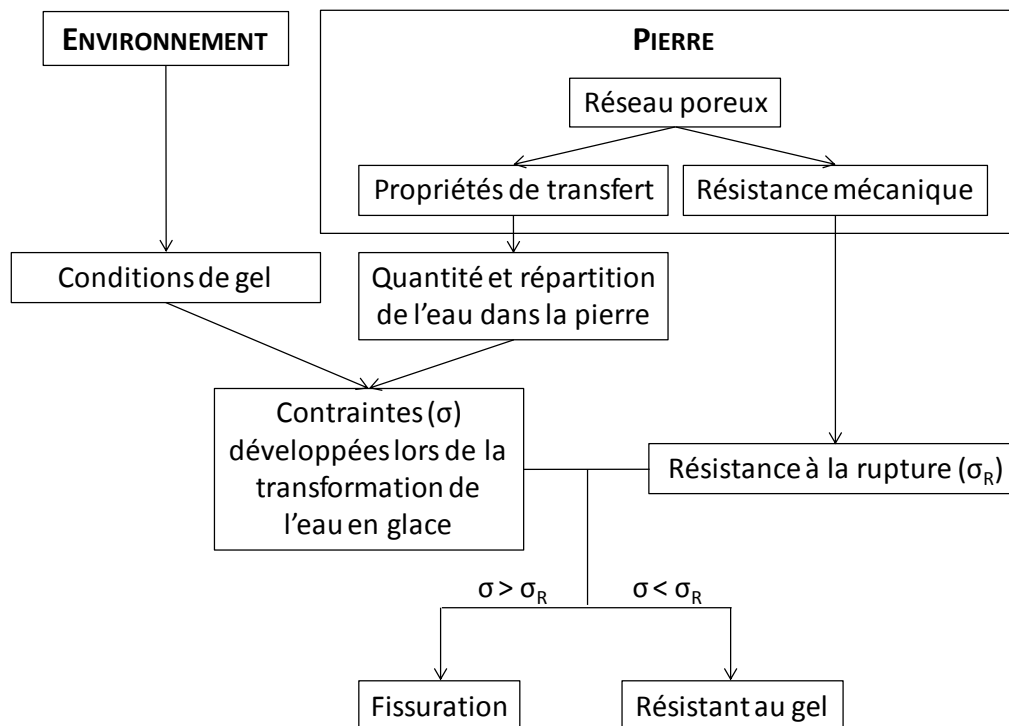


Figure 1-13 : Interaction de différents facteurs lors du gel d'une pierre (d'après Thomachot, 2002).

## IV. LES DIFFERENTES APPROCHES EXPERIMENTALES

### IV.1. Suivi expérimental de la dégradation des pierres liée au gel

De nombreuses études ont été menées sur l'endommagement de pierre de construction ou de roche par les cycles de gel-dégel (Tableau 1-1, liste non exhaustive des travaux de recherche les plus récents). Les objectifs de ces différentes études sont variés : comprendre les mécanismes de dégradation liés au gel, suivre l'endommagement d'une pierre précise dans un contexte climatique particulier, vérifier l'importance d'une propriété de la pierre dans l'altération par le gel, établir un modèle mathématique de dégradation des pierres, comparer les mécanismes de dégradation par le gel avec d'autres mécanismes similaires comme la cristallisation des sels, ou encore vérifier la validité d'une norme. Ces différents objectifs peuvent être regroupés en deux problématiques : évaluer et prévoir la durabilité des pierres au gel et identifier les mécanismes de dégradation liés au gel.

**Tableau 1-1 : Expériences de gel dans la littérature**

Référence	Objectif	Gel	Dégel	Techniques de mesure de l'altération
Nicholson 2000	Evaluer la <b>résistance au gel</b> de roche sédimentaire Identifier les <b>défauts préexistants</b> et déterminer leurs influences sur la gravité des dommages	Air T min = -18°C d = 18h	Eau T max = 18°C d = 6h	Physique : poids Dossier graphique du mode de dégradation
Mutluturk 2004	<b>Modèle mathématique</b> décrivant le processus de perte d'intégrité d'une roche soumise à des cycles de gel-dégel Validité du modèle par une étude en laboratoire	Air T min = -20°C d = 2h (Norme Turquie TS 699)	Eau T max = 20°C d = 2h (Norme Turquie TS 699)	Physique : densité, poids sec / saturé, porosité totale, Mécanique : vitesse des ondes P, dureté de shore Description minéralogique
Alting 2004	Vérifier le <b>modèle mathématique</b> de fonction proposé par Mutluturk 2003 sur la perte d'intégrité de la pierre Déterminer les effets de cycles récurrents de gel-dégel			Mécanique : vitesse des ondes P, compression uniaxiale, traction brésilienne, indice de force du point de charge et de perforation d'un bloc
Bayram 2012	<b>Prédire</b> la perte de résistance mécanique dans les régions froides			Physique : porosité, absorption d'eau Mécanique : compression, traction, flexion, module d'Young
Chen 2004	Etude des effets du <b>degré initial de saturation</b> en eau d'une roche soumise à des cycles de gel-dégel Etude de la <b>migration de l'eau interstitielle</b> pendant le gel	Air T min = -18°C d = 2h	Eau T max = 14°C d = 1,5h	Observations visuelles Physique : porosité Mécanique : compression, vitesse des ondes P
Bost 2007	<b>Prévoir</b> la fracturation naturelle des roches en cas de gel-dégel <b>Estimer</b> les contraintes provoquées par le gel	T min = -5°C d = 4-5h	T max = 20°C d = 4-5h	Observations visuelles, Profil des contraintes le long des tubes par analyse inverse avec un logiciel (CESAR-LCPC)
Saad 2010	Influence des <b>paramètres d'état et de transfert</b> sur l'altération des roches par le gel	Air T min = -5°C d = 6h	Eau T max = 20°C d = 6h	Physique perméabilité à l'eau Mécanique : module d'élasticité dynamique

Yavuz 2010	Etude de l'effet des cycles de gel-dégel sur la <b>détérioration des propriétés physique et mécanique</b> de pierre d'andésite	Air T min = -20°C d = 6h	Eau T max = 20°C d = 18h	Physique : porosité, absorption à l'eau Mécanique : vitesse des ondes P, dureté de Schimdt, compression, abrasion de surface
Marco Castano 2010	Etude de la <b>résistance au gel</b> de dix pierres carbonates pour vérifier l'efficacité des normes	Air T min = -12°C d = 6h (Norme Européenne NF EN 12371)	Eau T max = 20°C d = 6h (Norme Européenne NF EN 12371)	Observations visuelles, évolution de la microstructure et de la texture Physique : poids, porosité ouverte Mécanique : vitesse des ondes P, compression
Martinez-Martinez 2013	Etude de la <b>résistance mécanique</b> et évolution de leurs propriétés pétrophysique Décroissance linéaire ?			
Ruedrich 2011	Vérifier les <b>normes</b> pour les cycles de gel-dégel (le nombre de cycles serait trop faible)	Air T min = -20°C d = 16h	Eau T max = 20°C d = ?	Observations visuelles Physique : porosité, distribution des rayons de pores, capillarité, degré de saturation Mécanique : traction, vitesse des ondes P, dilatation thermique
Tan 2011	Influence du nombre de cycles de gel-dégel sur les <b>propriétés mécaniques</b> du granite	T min = -40°C d = 4h	T max = 40°C d = 4h	Physique : poids sec / saturé, porosité Mécanique : compression uni- et tri-axiale
Jamshidi 2013	<b>Prédire</b> la durabilité à long terme en utilisant un modèle de fonction décroissante	Air T min = -20°C d = 12h	Eau T max = 20°C d = 12h	Mécanique : traction, résistance à la charge ponctuelle

Pour chaque étude, les cycles de gel-dégel utilisés sont différents. Ils correspondent soit aux normes en vigueur dans le pays de l'étude (norme européenne NF EN 12371, norme turque TS 699) soit au climat de la région de la pierre étudiée. Le gel peut s'effectuer entre  $-40$  et  $-5^{\circ}\text{C}$  ; les vitesses de refroidissement varient de  $1^{\circ}\text{C/h}$  à un gel instantané ; la durée des cycles varie de 4 heures à une journée. D'autres paramètres sont aussi dépendants de chaque étude comme la taille et la forme des échantillons, le degré de saturation, l'apport d'eau pendant les cycles.

Evaluer la durabilité des pierres au gel est importante pour pouvoir estimer la durée de vie des pierres d'un édifice ou des opérations de restauration. Avant les dégradations macroscopiques menant à la rupture, les pierres subissent un endommagement mécanique, qui peut compromettre la stabilité de la structure, et une modification de la microstructure, qui peut aussi limiter la durée de vie de l'ouvrage, par exemple, si la porosité augmente, la pierre peut être plus sensible à l'action des sels.

L'action du gel entraîne un processus de dégradation de la pierre. Les méthodes pour évaluer l'endommagement et donc la durabilité, dépendent des différentes études.

L'évolution de la microstructure est mise en évidence par les mesures de la porosité totale ou de la distribution de la taille d'accès des pores. L'étude de l'évolution des propriétés de transfert est effectuée au travers de mesure de la capillarité ou de la perméabilité. Selon Ruedrich (2011), la porosité, la distribution des rayons des pores, le transport de l'eau, l'absorption d'eau capillaire et le degré de saturation sont modifiés par la répétition des cycles de gel-dégel. La porosité totale augmente avec le nombre de cycles de gel-dégel, ce qui signifie qu'il y a des modifications au niveau de la microstructure avec l'ouverture de fissures déjà existantes, la formation de microfissures ou l'effondrement de pores (Chen, 2004). Alors que, pour Marco Castano (2010), la porosité ouverte et la perte de poids restent insensibles à l'action des cycles de gel-dégel. Les valeurs obtenues pour les échantillons altérés sont semblables à celles mesurées à l'état non altérée. L'endommagement mécanique est en général estimé par la mesure de la vitesse des ondes ultrasonores et du module d'élasticité dynamique, ou par la mesure du module d'Young statique et de la résistance en compression ou en traction. Selon différents auteurs, la résistance à la compression et le module d'élasticité diminuent avec un nombre croissant de cycles de gel-dégel (Mutluturk 2003 ; Chen, 2004 ; Yavuz 2010 ; Tan, 2011 ; Ruedrich, 2011). Alors que, pour Martinez-Martinez (2013), la résistance à la compression des échantillons semble peu sensible à l'action du gel car les valeurs obtenues pour les échantillons après les cycles de gel-dégel sont similaires à celles mesurées à l'état non altérée.

Les résultats de différentes études permettent de mettre en évidence un certain nombre de paramètres influençant la durabilité des pierres face à l'action du gel (cf. III.3). Différentes classifications (Mamillan, 1975 ; Letavernier, 1984 ; Remy 1993) ont été établies afin de déterminer la sensibilité des pierres au gel et de prévoir leurs comportements. Ces classifications ne tiennent cependant pas compte de tous les paramètres influençant le gel en même temps. Par exemple, la classification de Mamillan (1975) s'appuie sur la porosité totale et le coefficient d'Hirshwald et ne prend pas du tout en compte les performances mécaniques des pierres, ni les conditions de gel. La classification de Rémy (1993), quant à elle, concerne le type de réseau poreux, les conditions de transfert d'eau dans le réseau poreux et le mécanisme d'action du gel ; de nouveau la résistance mécanique n'est pas prise en compte pour prédire la résistance au gel de pierre.



De façon générale, les conditions environnementales et les propriétés mécaniques des pierres sont peu exploitées pour estimer la sensibilité des pierres face au gel. A titre d'exemple, dans le cas de la pierre de Lens, selon les classifications, il s'agit d'une pierre gélive mais selon la norme européenne sur les pierres naturelles, elle est non gélive. Cette pierre présente une porosité moyenne et un rayon d'accès au pore moyen et malgré cette structure, elle possède une bonne résistance mécanique (Bost, 2008). La prise en compte de ses performances mécaniques permettrait de pouvoir trancher sur la gélivité de cette pierre. Cet exemple montre bien la nécessité de prendre en compte les propriétés mécaniques lors de l'étude de l'action du gel sur des pierres.

Ces nombreuses études mettent en évidence la complexité de l'interaction des propriétés microstructurales et mécaniques lors de l'étude de la durabilité des pierres et en particulier dans le cas de cycles de gel-dégel. Cependant, certains paramètres, comme la présence de défauts préexistants et la pression appliquée à ces défauts par cristallisation par exemple, ne sont pas toujours analysés. Ils peuvent pourtant apporter des informations complémentaires sur la durabilité des pierres. Dans cette optique, une étude de certaines propriétés de la mécanique de la rupture a le plus grand intérêt.

#### **IV.2. Apport de la mécanique de la rupture**

Les propriétés issues de la mécanique de la rupture sont rarement exploitées lors des différentes études menées sur l'endommagement des pierres de construction, et son application aux roches est assez récente (Homand, 2000 d'après Bost, 2008). Cependant celles-ci peuvent aider sur les problèmes de conservation des pierres (Bourgès, 2012), en fournissant de nouveaux indicateurs d'endommagement mécanique afin de fiabiliser les prévisions de la durabilité et en aidant à comprendre l'origine des mécanismes de dégradation liés au gel. La mécanique de la rupture et des mesures de la propagation de fissure en particulier permettent d'identifier les défauts préexistants dans la microstructure, ces défauts pouvant être des amorceurs de fissure. La présence de défaut dans la structure de pierre peut aggraver les dégâts dû au gel, quels que soit la résistance et les propriétés pétrophysiques de celle-ci (Nicholson et Nicholson, 2000).

Griffith (1920) a montré qu'il existe une relation entre la résistance à la rupture et la taille d'un défaut préexistant dans un solide :

$$\sigma = \sqrt{\frac{2.E'.\gamma_s}{\pi a}} \quad (1-2)$$

avec  $E' = E$  pour une contrainte plane ou  $E' = E / (1 - \nu^2)$  pour une déformation plane et avec  $\sigma$  la contrainte axiale,  $E$  le module d'Young,  $\nu$  le coefficient de Poisson,  $\gamma_s$  l'énergie spécifique de surface,  $2a$  la longueur du défaut.

Irwin (1948) ajoute une notion de taux de restitution d'énergie  $G$ , qui correspond à l'énergie totale libérée par unité de prolongement de fissure :

$$G = \frac{\pi \sigma^2 a}{E'} \quad (1-3)$$

et un critère de propagation d'une fissure :  $G \geq G_c = 2.\gamma_s$ .

Il existe deux types de propagation d'une fissure :

- une propagation stable : si  $G = G_c$ , il n'y a pas d'augmentation d'énergie, la fissure s'arrête ;
- une propagation instable : si  $G > G_c$ , une partie de l'énergie sert à rompre les liaisons, c'est l'énergie de séparation ; le reste de l'énergie  $G - G_c$  se dissipe dans la création de nouvelles surfaces. La fissure peut se propager en l'absence de modification externe.

Irwin (1957) propose trois modes de fissuration (Figure 1-14) :

- Mode I : une contrainte de traction normale au plan de fissure ;
- Mode II : une contrainte de cisaillement agissant parallèlement au plan de la fissure et perpendiculaire au front de fissure ;
- Mode III : une contrainte de cisaillement agissant parallèlement au plan de la fissure et parallèlement au front de fissure.

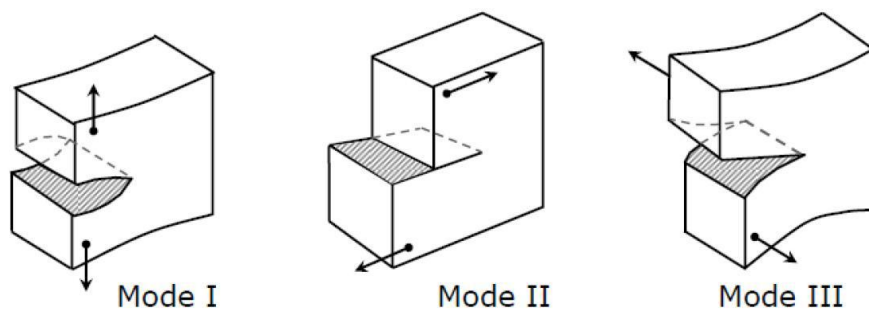


Figure 1-14 : Modes de fissuration

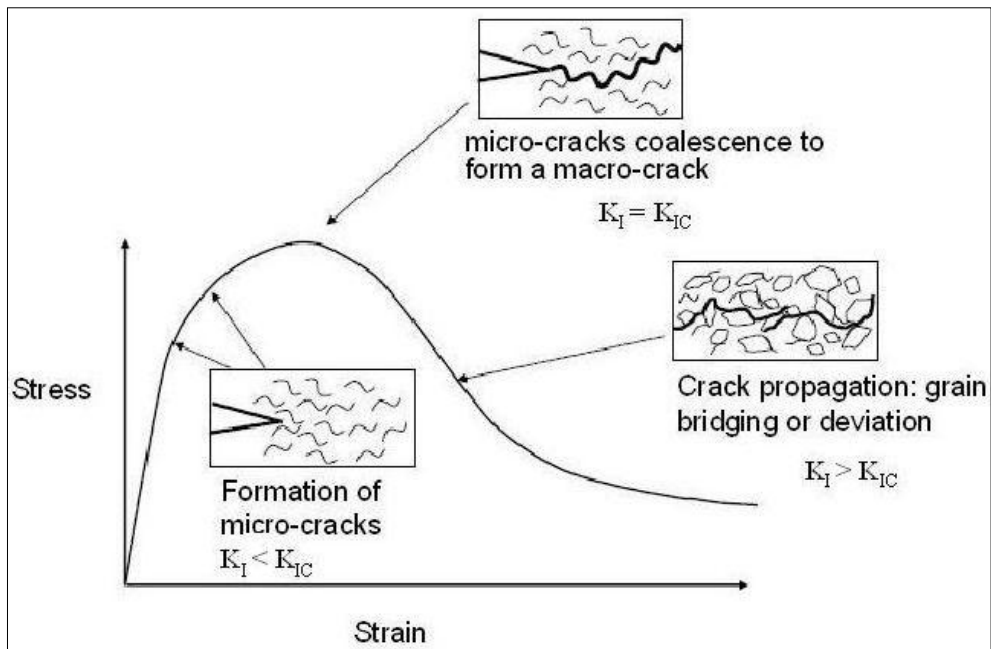
Il introduit le concept de facteur d'intensité des contraintes,  $K$ , en fonction des modes de propagation des fissures, qui décrit la singularité spatiale du champ de contrainte au niveau de la fissure, ainsi que la ténacité à la rupture  $K_{IC}$  qui est le seuil critique du facteur d'intensité des contraintes. La ténacité à la rupture en mode I est trouvée grâce à la relation suivante :

$$K_{IC} = Y.\sigma\sqrt{\pi a} \quad (1-4)$$

avec  $K_{IC}$  la ténacité ( $\text{MPa.m}^{1/2}$ ),  $Y$  le facteur de correction prenant en compte la géométrie de la fissure,  $\sigma$  la contrainte de chargement normal au plan de fissure (MPa),  $a$  la taille du défaut initial (m).

La ténacité représente la résistance à l'amorçage et la propagation de fissure du matériau, à partir de cette valeur, les fissures se propagent de façon instable jusqu'à la rupture du matériau lors d'un chargement en compression (Figure 1-15):

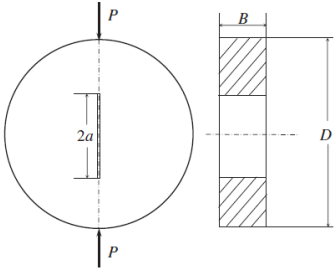
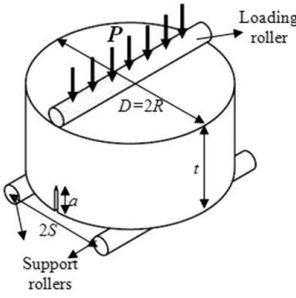
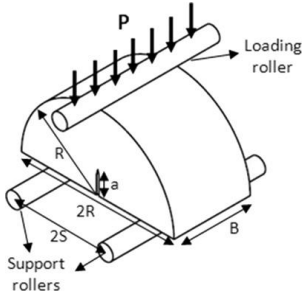
- $K_I < K_{IC}$  : fissuration stable
- $K_I = K_{IC}$  : fissuration instable
- $K_I > K_{IC}$  : rupture



**Figure 1-15 : Propagation des fissures dans un milieu poreux à partir de la formation de microfissures jusqu'à leur coalescence dans une fissure et sa propagation jusqu'à la rupture (extrait de Bourgès, 2012)**

Les méthodes d'essai pour déterminer la ténacité sont basées sur le suivi de la fissuration à partir d'un défaut initial artificiel : une entaille. Ces essais sont dépendants de la géométrie des échantillons à tester (Tableau 1-2). L'essai Cracked Strain Through Brazilian Disk (CSTBD) est fondé sur l'essai de compression Brésilien. Wang (2010) a redéfini les critères de formulations pour cet essai. Les essais Straight Notched Disc Bending (SNDB) et Semi Circular Bending (SCB) sont basés sur la flexion trois points. Tutluoglu (2011) a déterminé le facteur de forme Y, dépendant de la géométrie de l'échantillon et étudié l'influence de différents paramètres comme la longueur initiale de l'entaille ou encore l'épaisseur de l'échantillon. L'essai SCB présente un avantage par rapport aux autres essais. Un capteur LVDT peut être fixé sur l'échantillon pendant l'essai et ainsi suivre l'ouverture de l'entaille.

**Tableau 1-2 : Méthodes de mesure de la propagation de fissures et de calcul du facteur d'intensité des contraintes avec P la contrainte appliquée, R le rayon, B ou t l'épaisseur, Y le facteur de forme et a la longueur de la fissure (d'après \* Wang, 2010 ; \*\* Tutluoglu, 2011)**

	CSTBD *	SNDB **	SCB **
			
$\sigma$ (MPa)	$\sigma = P / (\pi.R.B)$	$\sigma = P / (4.R.t)$	$\sigma = P / (2.R.t)$
$K_I$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )	$K_I = P.Y / B\sqrt{2r}$	$K_I = Y.\sigma\sqrt{\pi a}$	$K_I = Y.\sigma\sqrt{\pi a}$

La dégradation des pierres est souvent le résultat de sollicitation cyclique à l'échelle microscopique. Cette fatigue cyclique peut provoquer la coalescence et la propagation de fissures. Une étude de la mécanique de la rupture et en particulier de la ténacité, permet de mettre en évidence la présence de défauts, initiateurs de fissure et d'évaluer la cinétique de propagation des fissures. Cette propriété fait le lien entre la microstructure et la fissuration ; les mécanismes microstructuraux qui contrôlent la fissuration peuvent être identifiés, et ainsi, l'origine des mécanismes de dégradation liés au gel peut être déterminée. La ténacité peut aussi être utilisée comme nouvel indicateur d'endommagement mécanique et fiabiliser la prévision de la durabilité.

## **V. CONCLUSION**

Les pierres de construction, et particulièrement les pierres calcaires, présentent des propriétés microstructurales hétérogènes. Le comportement mécanique des pierres est fortement lié à leur microstructure polyphasique. La porosité, l'arrangement granulaire (compacité des éléments), la présence de microfissures influencent la réponse de la pierre lors d'un chargement et la porosité semble avoir un rôle important dans la résistance des pierres. Ces propriétés microstructurales et mécaniques conditionnent la durabilité des pierres. Les variations au sein des pierres, causées par des conditions environnementales agressives, engendrent des contraintes mécaniques provoquant des altérations macroscopiques telles que des fissures. Les cycles de gel-dégel sont connus pour endommager les pierres mais les mécanismes de dégradation ne sont pas admis de façon irréfutable. Les cycles de gel-dégel génèrent une fatigue au sein du matériau avec la formation de contraintes dues à l'expansion volumique de la glace et les pressions hydrauliques et/ou les pressions capillaires. Les propriétés intrinsèques de la pierre ont une influence sur le taux de dommage généré par les cycles de gel-dégel et la formation de fissure. Le plus souvent, ce sont des propriétés microstructurales, comme la porosité totale ou la taille des pores qui sont mis en avant pour expliquer la sensibilité au gel d'une pierre. Cependant, elles ne peuvent pas à elles seules rendre compte de la complexité de ces phénomènes. Il est nécessaire d'augmenter le nombre de paramètres d'étude pour améliorer la compréhension des mécanismes d'altération. De plus, une étude à différentes échelles peut mettre en évidence l'importance de certains paramètres. La taille des grains, la morphologie des pores, la présence de défaut dans la structure d'un point de vue microscopique et les performances mécaniques et la ténacité d'un point de vue macroscopique peuvent être autant de facteurs à prendre en compte.



## **CHAPITRE 2. METHODES EXPERIMENTALES POUR L'ETUDE DES PROPRIETES PHYSIQUES ET MECANIQUES DES PIERRES CALCAIRES**

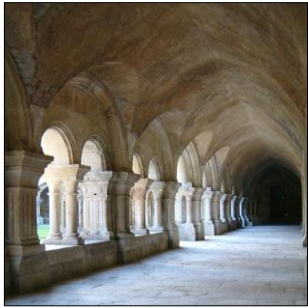



Ce chapitre a pour but de présenter les pierres calcaires choisies ainsi que les techniques expérimentales utilisées pour ces travaux. Les méthodes et les paramètres adoptés pour déterminer les caractéristiques physiques et mécaniques de ces pierres y sont exposés, ainsi que le protocole de vieillissement artificiel par des cycles de gel-dégel mis en place pour cette étude.


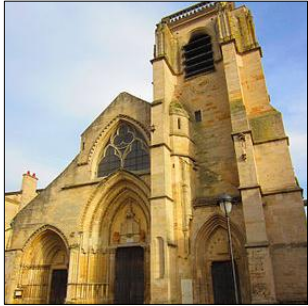

## I. LES MATERIAUX DE L'ETUDE

Les pierres choisies dans le cadre de ces travaux de thèse sont cinq calcaires : la pierre de Massangis, la pierre de Lens, la pierre de Migné, la pierre de Savonnières et la pierre de Saint-Maximin (Tableau 2-1). Ces pierres calcaires sont sélectionnées car elles ont largement été utilisées pour la construction de monuments anciens et comme elles proviennent de carrières françaises encore en exploitation, celles-ci sont toujours utilisées pour la construction et servent aussi de pierre de remplacement pour les Monuments Historiques. Les Fiches Techniques Produit des carrières montrent des propriétés physiques et mécaniques variées (ces propriétés seront présentées et détaillées dans le chapitre 3), ainsi que des sensibilités au gel différentes. Selon les différentes études, la gélivité des pierres est différente. Cependant, de façon générale, les pierres de Massangis, de Lens, de Migné et de Savonnières sont des pierres non gélives, alors que la pierre de Saint-Maximin est gélive (Dessandier, 2000 ; Thibaut, 1996 ; Mamillan, 1994).

**Tableau 2-1 : Quelques caractéristiques des pierres calcaires sélectionnées**  
(\* : données relevées sur <http://monumat.brgm.fr>)

Pierre	Age	Aspect	Origine	Exemples d'emploi *
Massangis (roche jaune)	Jurassique moyen, étage Bathonien	Ton jaune bisque avec peu de coquilles	Massangis (Yonne) 22 km au nord d'Avallon	Cloître de l'abbaye de Fontenay 
Lens	Crétacé inférieur, étage Barrémien	Fond blanc crème à fines lamelles cristallines	Moulezon (Gard) 18 km au nord- ouest de Nîmes	Maison Carré de Nîmes 



Migné	Miocène, étage Burdigalien	Fond blanc, à grain moyen	Migné-Auxances (Vienne) 5 km au nord-ouest de Poitiers	Eglise Notre-Dame-la- Grande de Poitiers 
Savonnières	Jurassique supérieur, étage Portlandien	Gris beige avec de nombreuses vacuoles	Savonnières-en- Perthois (Meuse) 16 km à l'est de Saint-Dizier	Cathédrale de Saint- Dizier 
Saint- Maximin (roche fine)	Eocène, étage Lutécien	Fond beige uni avec quelques trous de coquilles moyen et gros	Saint-Maximin (Oise) 4 km au nord de Chantilly	Chapelle de Chantilly 

## II. CARACTERISATIONS PHYSIQUES

### II.1. Examen pétrographique

#### II.1.1. Rappel théorique

L'analyse pétrographique peut être réalisée de différentes façons, soit par l'observation de lames minces colorées au microscope optique ou au microscope électronique à balayage ; soit par l'observation de fragment de pierre au microscope électronique à balayage.

#### Microscope Optique

Le microscope optique est un instrument d'optique qui utilise la lumière. Il est muni de deux lentilles : l'objectif pour agrandir les objets que l'on souhaite observer et l'oculaire pour orienter les rayons réfléchis vers les yeux. Il est nécessaire que l'échantillon soit plat, de faible épaisseur et réfléchissant.

La résolution des microscopes optiques est de 0,2  $\mu\text{m}$  à cause de la diffraction de la lumière. Pour améliorer l'étude pétrographique, il est donc nécessaire de changer d'instrument pour avoir une résolution de l'ordre du nanomètre.

#### Microscope Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est basée sur l'interaction électron-matière. La surface d'un échantillon est balayée par un faisceau d'électrons accélérés à une tension de 10 à 30 keV. Ces électrons interagissent avec la matière soit par rétrodiffusion des électrons incidents, sans perte d'énergie ; soit avec une émission d'électrons secondaires (ils ont perdu une partie de leur énergie par une succession de chocs) ; ou encore avec l'émission de photons X et d'électrons Auger.

Grâce aux électrons secondaires, une image en contraste topographique est obtenue, résultant du taux d'électrons secondaires et de leur accès au détecteur. Grâce aux électrons rétrodiffusés, une image en contraste chimique est obtenue, résultant du facteur de diffusion de chaque atome constitutif. Plus un atome est lourd, plus son numéro atomique est grand, plus le nombre d'électrons rétrodiffusés augmente, plus la zone correspondante est brillante. Suite à l'excitation des atomes présents dans l'échantillon par interaction avec les électrons incidents, des photons X sont émis. Il s'agit d'un processus de désexcitation. Si le MEB est couplé à un détecteur EDS, une analyse chimique peut être réalisée. Cela consiste alors à détecter ces photons X car ils sont caractéristiques de l'atome dont ils sont issus. Une analyse élémentaire, sous la forme d'un spectre où chaque pic correspond à l'énergie d'un photon X donné donc d'un atome donné, est obtenue. Cette analyse peut être aussi quantitative, car l'aire sous chaque pic d'un atome donné est proportionnelle au nombre d'atomes présents dans l'échantillon.

Les échantillons étudiés doivent être métallisés afin qu'ils soient conducteurs et qu'il y ait une bonne circulation des électrons dans l'échantillon. Sur un échantillon isolant, les électrons envoyés par le canon à électron du MEB s'accumulent à la surface de l'échantillon rendant l'image toute blanche et l'analyse chimique impossible.

#### ***II.1.2. Protocole expérimental***

Les lames minces colorées pour chaque type de pierre sont réalisées par un laboratoire extérieur (Université de Lille 1) selon la norme NF EN 12407. Cela consiste à imprégner sous vide des sucres de chaque pierre avec une résine colorée pour visualiser le milieu poreux. Le sucre est ensuite collé à une lame de verre et poncé jusqu'à avoir une épaisseur d'environ 30  $\mu\text{m}$ , permettant ainsi à la lumière de traverser l'échantillon.

Les lames minces colorées sont dans un premier temps observées au microscope optique Jenapol. L'observation se fait soit en lumière dit naturelle, soit en lumière dit polarisée et à différents grossissements.

Les lames minces, des fragments de pierre dans de la résine et des fragments de pierre nue (Figure 2-1) sont observés au MEB Leica 430SI couplé à un détecteur EDS Brucker Quantax. Pour les fragments de pierre nue, la métallisation se fait à l'or et l'observation se fait en électrons secondaires pour avoir une image topographique. Pour les lames minces et les fragments de pierre dans de la résine, la métallisation se fait au nickel et comme ces échantillons sont plats, l'observation en électrons rétrodiffusés est possible et une analyse chimique peut aussi être réalisée.

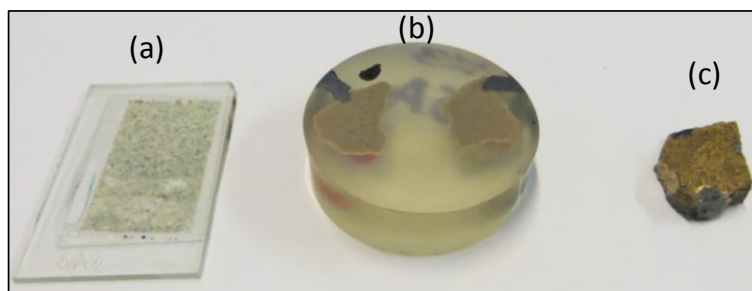


Figure 2-1 : (a) Exemple de lame mince colorée (b) Exemple d'échantillon dans de la résine (c) Exemple de fragment de pierre (ici métallisé à l'or)

## II.2. Diffraction des Rayons X

### II.2.1. Rappel théorique

La diffraction des rayons X est une technique non-destructive pour l'identification et l'évaluation qualitative des phases cristallines présentes dans les échantillons solides et les poudres. La diffraction des rayons X est un phénomène de diffusion cohérente et élastique qui se produit lorsque les rayons X interagissent avec la matière organisée. L'onde diffractée résulte de l'interférence des ondes diffusées par chaque atome. Elle dépend donc de la structure cristallographique (Figure 2-2). La direction du faisceau diffracté est donnée par la loi de Bragg :

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{h,k,l} \sin \theta \quad (2-1)$$

avec  $\lambda$ , la longueur d'onde du rayonnement diffracté,  $n$  l'ordre de diffraction,  $\theta$  l'angle d'incidence et  $d$  la distance inter-réticulaire séparant deux plans cristallographiques de même famille ( $h,k,l$ ).

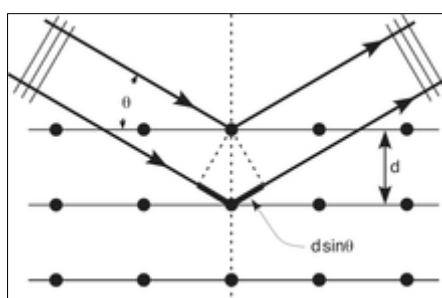


Figure 2-2 : Démonstration de la loi de Bragg

### II.2.2. Protocole expérimental

Les analyses par diffraction des rayons X sont réalisées sur des poudres. Des fragments de pierre sont préalablement séchés et puis réduits en poudre grâce à un vibro-broyeur.

Le dispositif expérimental fonctionne avec une anticathode de cuivre de longueur d'onde  $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ . En changeant l'angle d'incidence du faisceau de rayon X autour de

l'échantillon, la loi de Bragg donne les diagrammes pour les différentes distances inter-réticulaires  $d$ . Le diffractogramme de la poudre est composé des différents diagrammes obtenus pour chaque angle d'incidence. A l'aide des diffractogrammes de référence du logiciel EVA, les phases cristallines présentes dans la poudre sont identifiées.

### **II.3. Porosité totale ( $N_t$ )**

#### ***II.3.1. Rappel théorique***

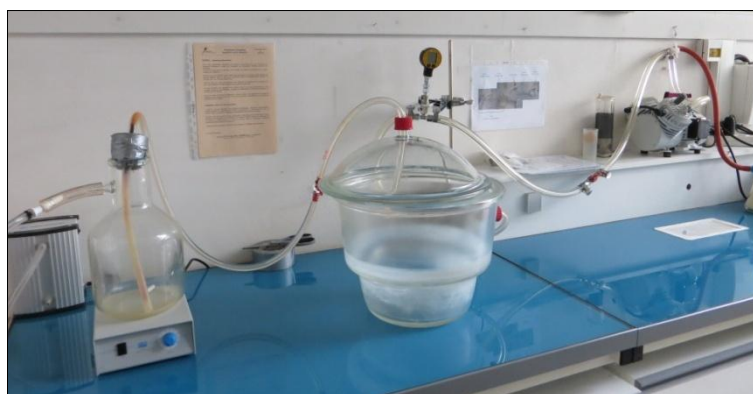
Dans la pierre, les minéraux forment un squelette solide qui ne remplit pas tout l'espace et le complément est appelé vide. Cette quantité de vide est la porosité (Homand, 2000). Autrement dit, la porosité représente le rapport entre le volume de vide contenu dans un échantillon de pierre et le volume total de cet échantillon.

La porosité totale est définie comme la porosité accessible à l'eau sous vide.

#### ***II.3.2. Protocole expérimental***

Le protocole expérimental pour la mesure de la porosité totale est celui indiqué par la norme NF EN 1936.

Les échantillons analysés sont des cylindres de 4 cm de diamètre et 8 cm de hauteur, carottés de façon perpendiculaire aux litages. Les échantillons sont préalablement séchés à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante. Ils sont ensuite placés dans un dessiccateur mis sous un vide primaire de  $15 \pm 5$  mm Hg. Ce vide est maintenu pendant environ 16h (une nuit) afin d'éliminer l'air contenu dans les pores. En parallèle, de l'eau équilibrée est introduite dans une fiole reliée au dessiccateur ; l'eau équilibrée étant l'eau récupérée lors du carottage des échantillons. Elle contient des particules des pierres et permet d'éviter des phénomènes de dissolution. L'eau est dégazée grâce à une pompe à membrane pendant 2h. Puis, l'interconnexion entre le dessiccateur et l'erlenmeyer est ouverte (Figure 2-3), et l'eau est introduite dans le dessiccateur. L'imbibition se fait depuis la base jusqu'à l'immersion totale des échantillons, toujours à une pression de  $15 \pm 5$  mm Hg. La durée de cette étape ne doit pas dépasser 15 minutes. Une fois l'imbibition terminée, le vide est cassé et les échantillons sont laissés immergés à pression atmosphérique pendant 24h.



**Figure 2-3 : Dispositif expérimental de la saturation à l'eau sous vide**

La masse à l'état sec,  $m_{\text{sec}}$  déterminée avant l'essai et la masse de l'échantillon saturé surface sèche,  $m_{\text{sat}}$  permettent de retrouver le volume de vide contenu dans l'échantillon :  $V_{\text{vide}} = (m_{\text{sat}} - m_{\text{sec}}) / \rho$ .

La masse de l'échantillon saturé surface sèche,  $m_{\text{sat}}$  et la masse hydrostatique,  $m_{\text{hydro}}$  permettent de trouver le volume total de l'échantillon :  $V_t = (m_{\text{sat}} - m_{\text{hydro}}) / \rho$ .

Pour déterminer la porosité totale à l'eau sous vide, la méthode des triples pesées est utilisée :

$$N_t = \frac{V_{\text{vide}}}{V_t} \times 100 = \frac{m_{\text{sat}} - m_{\text{sec}}}{m_{\text{sat}} - m_{\text{hydro}}} \times 100 \quad (2-2)$$

## II.4. Porosité à 48h ( $N_{48}$ )

### II.4.1. Rappel théorique

La porosité à 48h représente la porosité librement accessible à l'eau dans les conditions naturelles d'imbibition. Cette imbibition correspond à un régime diphasique eau/air qui dépend de la structure du réseau poreux.

### II.4.2. Protocole expérimental

Cet essai est réalisé selon la norme NF B 10-504 sur les mêmes échantillons analysés pour déterminer leurs porosités totales. Les échantillons sont de nouveau séchés à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante. Ils sont ensuite placés dans un récipient fermé, afin de maintenir une forte humidité pendant toute la durée de l'essai, à pression atmosphérique avec un niveau d'eau équilibrée de  $H/4$ ,  $H$  étant la hauteur de l'échantillon, pendant 1h. Puis, de l'eau équilibrée est ajoutée jusqu'à un niveau de  $H/2$  pendant 23h. Et, enfin les échantillons sont totalement immergés pendant 24h (Figure 2-4).

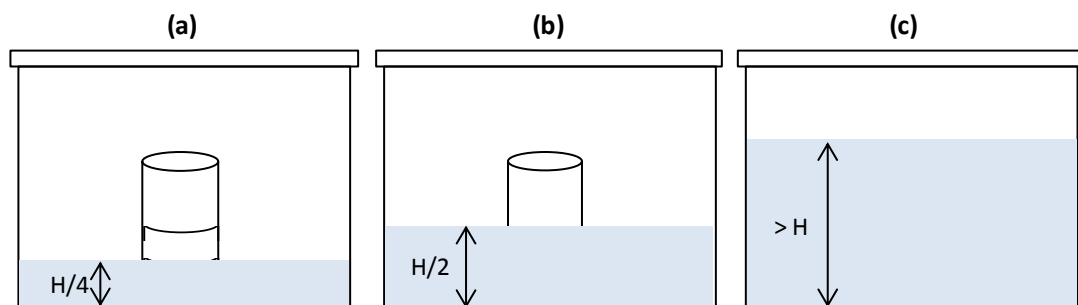


Figure 2-4 : Mode opératoire pour la mesure de la porosité à 48h (a) niveau d'eau  $H/4$  pendant 1h (b) niveau d'eau  $H/2$  pendant 23h (c) niveau d'eau  $> H$  pendant 24h ; avec  $H$  la hauteur de l'échantillon (d'après Rousset Tournier, 2001)

La masse de l'échantillon à l'état sec,  $m_{\text{sec}}$  est déterminée avant l'essai. La masse de l'échantillon saturé surface sèche,  $m_{\text{sat}}$  et la masse hydrostatique,  $m_{\text{hydro}}$  sont celles obtenues

lors de la mesure de la porosité totale. La masse de l'échantillon saturé naturellement,  $m_{48}$  est déterminée après les 48h d'essai. La porosité à 48h  $N_{48}$  est trouvée grâce à la relation :

$$N_{48} = \frac{m_{48} - m_{sec}}{m_{sat} - m_{hydro}} \times 100 \quad (2-3)$$

## **II.5. Propriétés déduites**

### ***II.5.1. Porosité piégée ( $N_p$ )***

La porosité piégée,  $N_p$  représente le volume de pore qui n'est pas accessible à l'eau dans les conditions naturelles de pression et de température (Fronteau, 2000). La porosité piégée est donnée par la relation suivante :

$$N_p = N_t - N_{48} \quad (2-4)$$

### ***II.5.2. Coefficient de saturation ( $S_{48}$ )***

Le coefficient de saturation ou coefficient de Hirschwald,  $S_{48}$  correspond à l'état de saturation naturelle des pierres (Hirschwald 1908). Cet état de saturation est défini comme le rapport de la porosité à 48h sur la porosité totale :

$$S_{48} = \frac{N_{48}}{N_t} \quad (2-5)$$

## **II.6. Porosimétrie au mercure**

### ***II.6.1. Rappel théorique***

La porosimétrie au mercure est une technique utilisée pour déterminer de manière quantitative la structure poreuse d'un solide. Cette technique délivre des informations sur la porosité totale, sur la distribution en taille d'accès des pores ainsi que sur la morphologie du réseau poreux.

Le principe de cette technique s'appuie sur le comportement non-mouillant du mercure par rapport au solide. Pour que le mercure liquide pénètre dans le réseau poreux, il faut appliquer une pression. La pression appliquée sur le mercure peut être assimilée à la pression capillaire qui est la différence de pression entre celle du fluide non-mouillant et celle du fluide mouillant. Pour un pore cylindrique de rayon, la pression capillaire est donnée par l'équation de Laplace :

$$P = \frac{2\sigma \cdot \cos\theta}{R} \quad (2-6)$$

avec  $P$  la pression capillaire (MPa),  $\sigma$  la tension de surface du mercure ( $\sigma = 0,480 \text{ N.m}^{-1}$ ),  $\theta$  l'angle de contact mercure-solide ( $\theta = 140^\circ$ ) et  $R$  le rayon d'accès au pore (m).

La mesure de porosité au mercure est réalisée en deux étapes : l'intrusion de mercure et l'extrusion de mercure. Une seconde intrusion de mercure est possible mais facultative.

- Intrusion de mercure : il y a une montée en pression progressive provoquant le remplacement du fluide mouillant, la vapeur de mercure, par le fluide non-mouillant, le mercure liquide, en remplissant en premier les pores de rayons d'accès les plus larges, puis ceux de rayons d'accès de plus en plus petits. A chaque augmentation de pression, il est possible de déterminer le volume de mercure injecté et ainsi de trouver la distribution de ce volume en fonction de la pression et donc du rayon d'accès des pores.

- Extrusion du mercure : il y a un relâchement de la pression, le mercure liquide libère le réseau poreux et le milieu est imbibé par la vapeur de mercure en commençant par les capillaires les plus fins. Cet espace poreux représente la porosité dite libre. A la fin de cette étape, il reste une partie du mercure qui n'a pas pu être évacuée. Cela représente la porosité piégée.

Une limite de la porosimétrie au mercure est la pression maximale appliquée au mercure, ce qui définit une taille d'accès de pore minimale pouvant être déterminée. Cela conduit à une sous-estimation de la porosité totale et la distribution en taille est faussée.

Une autre limite de cette technique d'analyse est l'effet « bouteille d'encre » (Figure 2-5). Pour arriver dans un pore de rayon  $R_2$ , le mercure doit passer dans un capillaire de rayon  $r$  avec  $r < R_2$ . La pression appliquée au mercure pour le remplissage du pore de rayon  $R_2$  sera celle nécessaire pour remplir le capillaire de rayon  $r$  et cette pression,  $P_r$  est plus élevée que celle pour remplir le pore de rayon  $R_2$ ,  $P_{R_2}$  ( $P_r > P_{R_2}$ ). Le volume de pore de rayon  $R_2$  est donc attribué au pore de rayon  $r$ . A une pression donnée, le volume de pore déterminé est donc composé de pore de taille variable mais dont l'accès correspond au rayon donné par la loi de Laplace.

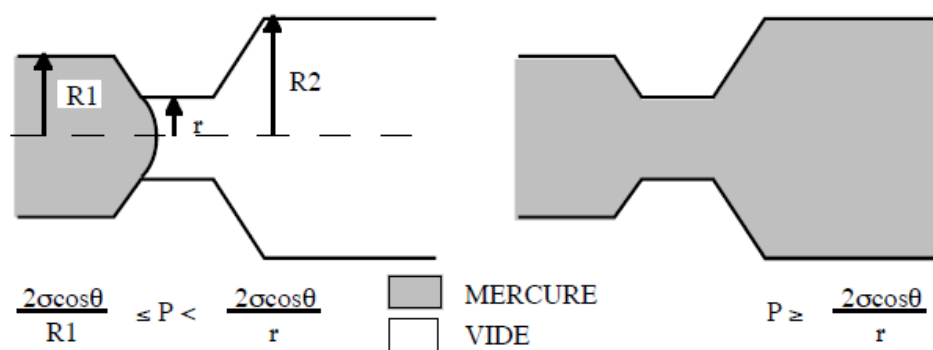


Figure 2-5 : Schéma explicatif de l'effet « bouteille d'encre » (Homand, 2000)

### II.6.2. Protocole expérimental

Les essais de porosimétrie au mercure sont réalisés avec un porosimètre Micrometrics Autopore IV série 9500, sur des fragments de pierre d'environ  $1 \text{ cm}^3$ . L'essai se déroule en deux étapes, la première est dite basse pression et la seconde, haute pression. L'échantillon est au préalable séché dans une étuve à  $60^\circ\text{C}$  jusqu'à masse constante. Il est ensuite placé dans le pénétromètre. Le choix du pénétromètre dépend de l'importance de la porosité totale de la pierre étudiée. L'ensemble échantillon et pénétromètre est placé dans le système

basse pression. Un volume de mercure est introduit dans le pénétromètre. Pendant cette étape, la pression appliquée au mercure varie de 0,003 à 0,202 MPa. Puis l'ensemble échantillon, pénétromètre et mercure est placé dans le système haute pression. La pression appliquée au mercure est ensuite augmentée jusqu'à 206 MPa.

Le volume de mercure injecté permet d'obtenir la porosité totale. Pour retrouver la distribution des tailles d'accès de pores, un graphique du volume cumulé de mercure injecté en fonction de la distribution en échelle logarithmique des rayons d'accès de pores calculés à partir des valeurs de pressions appliquées est tracé.

## **II.7. Capillarité**

### ***II.7.1. Rappel théorique***

La capillarité d'une pierre est une propriété intrinsèque de la pierre qui représente sa capacité à absorber l'eau sous l'effet de forces capillaires. Ce phénomène d'imbibition capillaire dépend de la tension interfaciale qui existe entre le solide et l'eau à l'échelle microscopique. Cette tension dépend elle-même de la viscosité du fluide, de son affinité avec le solide, de la taille et de la connectivité des pores dans la pierre. L'imbibition peut être divisée en deux phases. Durant la première phase, l'eau envahit progressivement la porosité librement accessible, la montée de l'eau est gouvernée par les forces capillaires. La deuxième phase commence à la rupture de la pente. L'eau commence à remplir la porosité piégée grâce à des mécanismes de diffusion et de dissolution de l'air dans l'eau. Le coefficient de capillarité correspond à la masse d'eau absorbée par unité de surface et de temps. Le coefficient de capillarité est défini par la pente de la section droite sur la courbe (Roels, 2000).

L'allure des courbes d'imbibition capillaire permet aussi d'approcher la géométrie du réseau poreux (Mertz, 1991) : un milieu poreux unimodal aura une courbe linéaire présentant une seule rupture de pente ; un milieu poreux bimodal présentera deux ruptures de pente ; un milieu poreux hétérogène aura une courbe de capillarité écrasée.

### ***II.7.2. Protocole expérimental***

L'imbibition capillaire est réalisée selon la norme NF EN 12957 sur des échantillons cylindriques de 4 cm de diamètre et 8 cm de hauteur, carottés de façon perpendiculaire aux litages. Les échantillons sont préalablement séchés à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante. Ils sont ensuite placés dans un récipient étanche à pression atmosphérique et à environ 100% d'humidité relative et immergée dans 3 mm d'eau. Lorsque les échantillons sont positionnés dans le récipient, le chronométrage est lancé. Les échantillons sont alors pesés à 1 min, 3 min, 5 min, 10 min, 15 min, 30 min, 60 min, puis à 3h, 8h, 24h et 48h. Pendant toute la durée de l'essai, le niveau d'eau est maintenu constant dans le récipient.

Le coefficient de capillarité est déterminé graphiquement, c'est le coefficient directeur de la pente du graphique de la masse d'eau absorbée par unité de surface en fonction de la racine carrée du temps (Figure 2-6). La masse de l'échantillon à l'état sec,  $m_{\text{sec}}$  et la masse de l'échantillon imbibé  $m_1$  permettent de trouver la quantité d'eau absorbée :  $M = m_1 - m_{\text{sec}}$ . La surface en contact avec l'eau est déterminée avant l'essai.



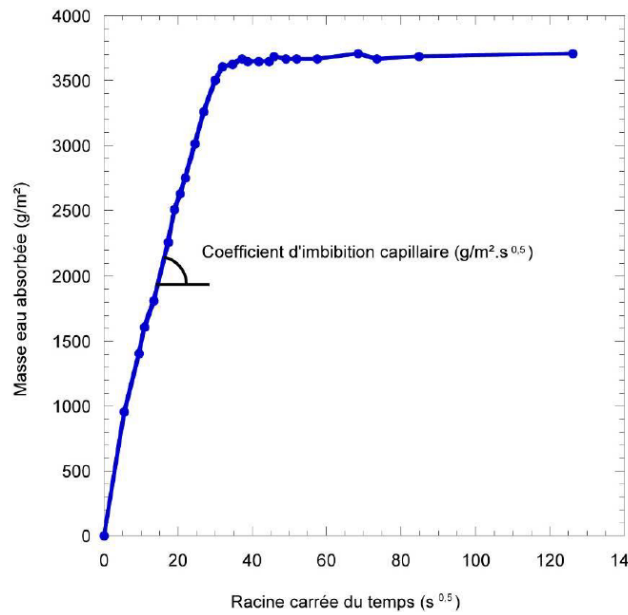


Figure 2-6 : Courbe d'imbibition capillaire : prise de masse sur une surface en fonction du temps (d'après Casteleyn, 2011)

## II.8. Perméabilité à l'eau

### II.8.1. Rappel théorique

La perméabilité d'un matériau représente son aptitude à se laisser traverser par un fluide. Il est dépendant des propriétés intrinsèques du milieu poreux et des conditions extérieures comme la nature du fluide circulant dans le réseau (Mertz, 1991).

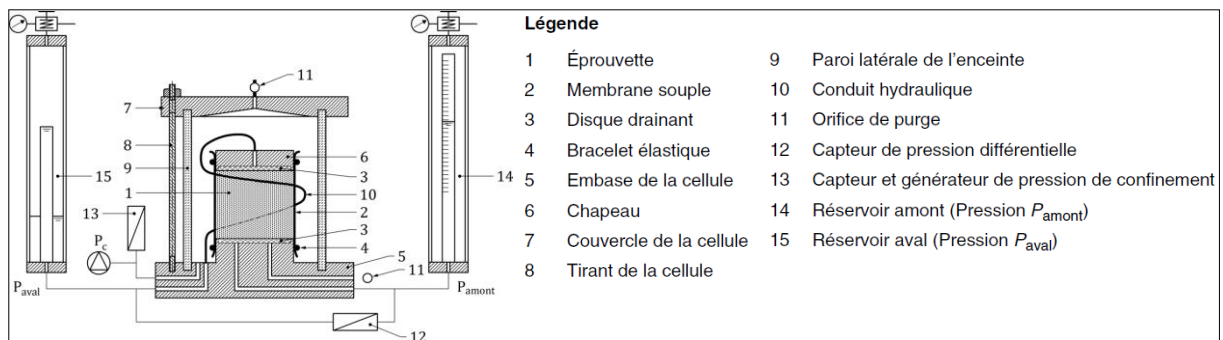
A l'échelle macroscopique, la loi qui décrit l'écoulement d'un fluide en milieu poreux est la loi de Darcy :

$$Q = \frac{k}{\eta} S \frac{\Delta P}{L} \quad (2-7)$$

avec  $Q$  le débit volumique du fluide ( $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ),  $k$  la perméabilité spécifique du réseau poreux ( $\text{m}^2$ ),  $\eta$  la viscosité dynamique du fluide ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ),  $S$  la section traversée par le fluide ( $\text{m}^2$ ),  $\Delta P$  le gradient de pression :  $\Delta P = P_{\text{amont}} - P_{\text{aval}}$  ( $\text{kg} \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{m}^{-1}$ ) et  $L$  la longueur de l'échantillon (m).

### II.8.2. Protocole expérimental

Pour cet essai, les échantillons sont des disques de 5 cm de diamètre et de 10 cm de hauteur. Dans un premier temps, l'échantillon est saturé à l'eau sous vide (cf. II.1.2.). Dans une cellule triaxiale, l'échantillon est placé entre deux disques poreux, et recouverte d'une membrane imperméable (Figure 2-7). Une pression de confinement de 1 MPa est appliquée à l'échantillon. La circulation de l'eau dans l'éprouvette est établie en appliquant une différence de pression constante entre les deux faces de l'échantillon avec  $P_{\text{amont}} = 0,5 \text{ MPa}$  et  $P_{\text{aval}} = 0,3 \text{ MPa}$ .



**Figure 2-7 : Schéma du dispositif expérimental (NF X30-443)**

Une fois le régime permanent atteint, le volume d'eau écoulé en fonction du temps est évalué. Le débit  $Q$  est ainsi déterminé :  $Q=V/t$ , en fonction de  $V$  le volume d'eau et  $t$  le temps. Le coefficient de perméabilité,  $k$  est retrouvé en utilisant la loi de Darcy.

## **II.9. Vitesse des ondes ultrasonores**

### **II.9.1. Rappel théorique**

L'étude de la propagation des ondes ultrasonores est une méthode non destructive. Cette mesure de la vitesse des ondes de compression (ou primaire)  $V_p$  et de cisaillement (ou secondaire)  $V_s$  dans un matériau à l'état sec et saturé permet de rendre compte de la porosité, de l'état de fissuration et des propriétés élastiques (le module d'élasticité dynamique et le coefficient de Poisson). Pour l'onde primaire  $P$ , le mouvement vibratoire suit la direction de propagation de l'onde. Pour l'onde secondaire  $S$ , le mouvement vibratoire est perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde. Les ondes  $S$  sont plus lentes que les ondes  $P$  et ne se propagent pas dans l'eau (Homand, 2000).

### **II.9.2. Protocole expérimental**

Pour déterminer la vitesse des ondes, la méthode de transmission de pulse est utilisée selon la norme NF EN 14579. Le dispositif est composé de deux transducteurs piézoélectriques  $P$  de fréquence 54 kHz et d'un générateur d'impulsion, le Pundit 7 (Figure 2-8). L'un des transducteurs joue le rôle de l'émetteur et le second, le rôle de récepteur. Les deux transducteurs sont placés en vis-à-vis à la surface de l'échantillon et un produit couplant, la vaseline, est placée entre les transducteurs et l'échantillon. Le couplant assure une bonne transmission des ondes. Le transducteur récepteur convertit l'émission acoustique en signal électrique qui peut être lu grâce à un oscilloscope.



**Figure 2-8 : Générateur d'impulsion Pundit 7 et deux transducteurs piézoélectriques**

Le temps de parcours entre l'émission et l'arrivée de l'onde P peut être déterminé soit sur l'oscilloscope soit en lecture directe sur le Pundit. La vitesse des ondes P est retrouvée grâce à la relation suivante :

$$V = d / t \quad (2-8)$$

avec V la vitesse des ondes P, d la distance entre les deux transducteurs et t le temps de parcours de l'onde P.

La mesure de la vitesse des ondes P est réalisée sur les blocs de pierre avant le carottage afin de déterminer s'il y a des litages et leurs sens et sur des échantillons cylindriques de 4 cm de diamètre et 8 cm de hauteur. Ces échantillons sont carottés de façon perpendiculaire aux litages.

### **II.9.3. Indice de continuité**

La vitesse des ondes P peut varier en fonction de la microstructure. Le type de porosité peut aussi jouer un rôle important. La vitesse des ondes P varie avec la porosité de pore et diminue avec la porosité de fissure. Pour estimer la quantité de porosité de pore et de porosité de fissure, l'indice de continuité  $I_C$  est utilisé (Tourenq, 1971). L'indice de continuité est défini comme le rapport entre la vitesse des ondes P mesurée sur l'échantillon et la vitesse des ondes P théorique calculée à partir de la composition minéralogique :

$$I_C = \frac{V_{exp}}{V_{th}} \times 100 \quad (2-9)$$

avec  $V_{exp}$  la vitesse réelle des ondes P ( $m.s^{-1}$ ) et  $V_{th}$  la vitesse théorique ( $m.s^{-1}$ ) :  $V_{th} = \sum c_i \cdot V_i$ , avec  $c_i$  le pourcentage du minéral i et  $V_i$  la vitesse des ondes P du minéral i.

L'indice de continuité permet de calculer le pourcentage de porosité de pore et le pourcentage de porosité de fissure grâce à la relation suivante :

$$I_C = 1 - A \cdot n_P - B \cdot n_F \quad (2-10)$$

avec  $n_P$ , la porosité de pore,  $n_F$ , la porosité de fissure ( $N_t = n_P + n_F$ ),  $A = 1,6$  et  $B = 22$  (Tourenq, 1971).

## **III. CARACTERISATIONS MECANIQUES**

### **III.1. Détermination du module d'Young dynamique**

Le module d'Young dynamique E est déterminé à partir de la vitesse des ondes P, exprimées en fonction des coefficients de Lamé, grâce à la relation suivante :

$$E = \rho \frac{V_p^2 (1+\nu) (1-2\nu)}{(1-\nu)} \quad (2-11)$$

avec  $V_p$  la vitesse des ondes P ( $\text{m.s}^{-1}$ ),  $\nu$  le coefficient de Poisson (sans unité) et  $\rho$  la masse volumique ( $\text{kg.m}^3$ ).

## **III.2. Essai de compression uniaxiale cyclique**

### ***III.2.1. Rappel théorique***

L'essai de compression uniaxiale cyclique met en évidence le comportement élastique du matériau, ainsi que sa résistance à la rupture. Chacun des cycles de chargement-déchargement permet d'isoler et de montrer la partie réversible du comportement si elle existe. La courbe contrainte-déformation de décharge est alors confondue avec celle de la recharge. Ainsi l'identification est opérée au travers de la décomposition de la déformation en une partie élastique et une partie plastique. La déformation élastique étant nulle pour une contrainte nulle, la déformation résiduelle pour cet état de contraintes est donc plastique.

La résistance à la rupture des pierres est déterminée par la relation suivante :

$$\sigma_c = \frac{F}{S} \quad (2-12)$$

avec  $\sigma_c$  la résistance à la compression (MPa),  $F$  la force axiale maximale (N),  $S$  la surface de la section de l'éprouvette ( $\text{m}^2$ ).

Selon la loi de Hooke, le module d'Young statique est la constante qui relie la résistance à la compression et la déformation du matériau :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (2-13)$$

avec  $\sigma$  la résistance (Pa),  $E$  le module d'Young (Pa),  $\varepsilon$  la déformation uniaxiale (sans dimension).

Le coefficient de Poisson qui caractérise la contraction de la matière de façon perpendiculaire à la direction de la sollicitation appliquée est déterminé par la relation suivante :

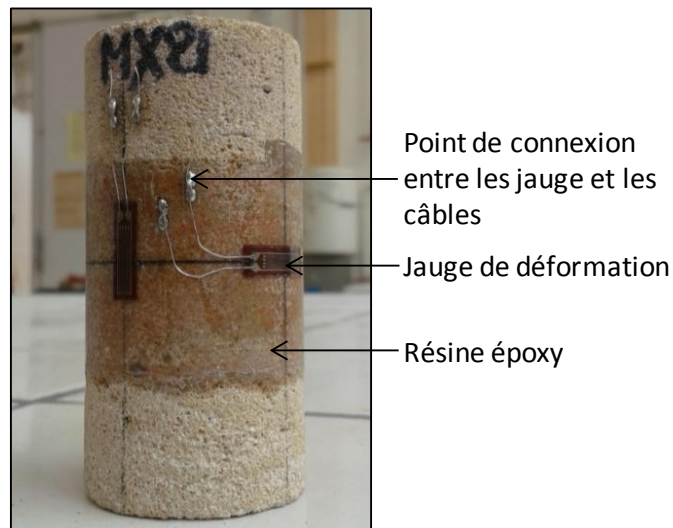
$$\nu = \frac{\varepsilon_{\text{lat}}}{\varepsilon_{\text{ax}}} \quad (2-14)$$

avec  $\nu$ , le coefficient de Poisson,  $\varepsilon_{\text{lat}}$  la déformation latérale et  $\varepsilon_{\text{ax}}$  la déformation axiale.

### ***III.2.2. Protocole expérimental***

L'essai de compression uniaxiale cyclique est réalisé en adaptant la norme NF EN 1926. Les échantillons analysés sont des échantillons cylindriques d'élancement 2 carottés dans la direction perpendiculaire au litage. Les déformations sont mesurées par quatre jauges de déformation Kyowa, d'un facteur de jauge de  $2,09 \pm 1,0 \%$ , d'une longueur de 10 mm et

d'une résistance de  $120,2 \pm 0,2 \Omega$ . Une résine époxy mélangée à un durcisseur est appliquée sur la partie centrale de l'échantillon où les jauges seront collées afin de s'affranchir des aspérités existant à la surface des échantillons. Après un séchage de la résine pendant 24 heures, celle-ci est poncée et les jauges collées. Deux jauges sont collées en vis-à-vis en position axiale et deux autres jauges sont collées en vis-à-vis en position latérale (Figure 2-9). Chaque jauge est ensuite câblée et reliée au scanner d'acquisition des déformations Vishay System 7000.



**Figure 2-9 : Exemple d'échantillon instrumenté avant un essai de compression uniaxiale cyclique**

L'essai est réalisé à une vitesse constante de déplacement :  $100 \mu\text{m}.\text{min}^{-1}$  sur une presse Instron. Le chargement correspond à une compression uniaxiale avec l'augmentation de la force appliquée pour chaque cycle de déchargement-rechargement. A chaque cycle, le déchargement correspond à la moitié du chargement. La contrainte maximale des trois cycles de chargement-déchargement varie selon le type de pierre analysé : 5, 7,5 et 10 MPa pour les pierres de Migné, Savonnières et Saint-Maximin, et 5, 10 et 15 MPa pour les pierres de Massangis et Lens. Le choix de ces différentes contraintes maximales pour les cycles est lié à la résistance de chaque pierre en compression simple. Une phase de relaxation de 5 minutes est appliquée avant chaque phase de déchargement pour dissiper les effets visqueux. Une fois ces cycles de déchargement-rechargement effectués, la contrainte est augmentée jusqu'à la rupture de l'échantillon.

Le module d'élasticité apparent, le module d'élasticité statique et le coefficient de Poisson sont déterminés à partir des courbes de contrainte-déformation pour chaque essai (Figure 2-10). Le module d'élasticité apparent correspond à la pente du premier chargement à de faible niveau de contrainte. Le module d'Young statique et le coefficient de Poisson sont retrouvés sur les parties linéaires au niveau du déchargement de chaque cycle de déchargement-rechargement. Le module d'Young statique correspond à la moyenne des trois pentes de déchargement des déformations axiales ( $\epsilon_{33}$ ). Le coefficient de poisson correspond à la moyenne des trois rapports entre les pentes de déchargement des déformations latérales ( $\epsilon_{11}$  et  $\epsilon_{22}$ , avec  $\epsilon_{11} = \epsilon_{22}$ ) et les pentes de déchargement des déformations axiales ( $\epsilon_{33}$ ).

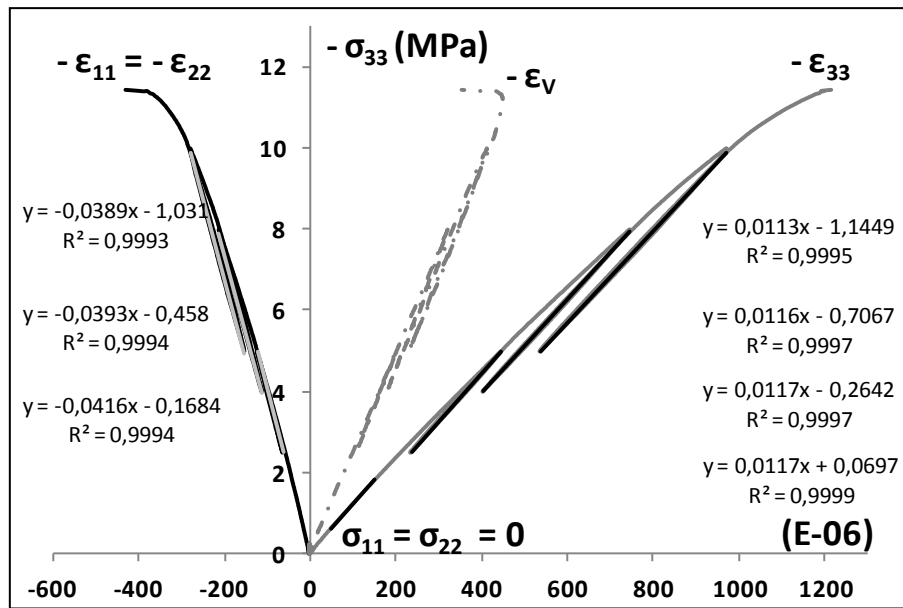


Figure 2-10 : Exemple de courbe contrainte-déformation avec les pentes correspondantes à chaque déchargement ( $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  : contrainte latérale,  $\sigma_{33}$  : contrainte axiale ;  $\epsilon_{11}$  et  $\epsilon_{22}$  : déformation latérale,  $\epsilon_{33}$  : déformation axiale et  $\epsilon_v$  : déformation volumique)

### III.3. Essai de flexion semi-circulaire

#### III.3.1. Rappel théorique

Pour déterminer la ténacité, un essai de flexion trois points, dit essai de flexion semi-circulaire est sélectionné car il présente le plus d'avantages (Tiennot, 2012). Le défaut dans la structure est simulé avec une entaille, dont la longueur est dépendante de la géométrie de l'échantillon et la ténacité est déterminée par la relation suivante :

$$K_{IC} = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (2-15)$$

avec  $K_{IC}$  la ténacité ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ),  $Y$  le facteur de correction prenant en compte la géométrie de la fissure (pour  $a/t = 0,2$ ,  $Y = 3,2610$  ; pour  $a/t = 0,4$ ,  $Y = 3,8340$ ),  $\sigma$  la contrainte de chargement normal au plan de fissure (MPa) ( $\sigma = P / 2.R.t$ ),  $a$  la taille du défaut initial (m) et  $t$  l'épaisseur de l'échantillon (m) (Tutluoglu, 2011).

#### III.3.2. Protocole expérimental

Les essais de flexion semi-circulaire (Figure 2-11) sont menés sur des demi-disques dont l'épaisseur est égale au rayon, soit 2 cm. Une pré-entaille de dimension  $a/t = 0,2$  ou  $a/t = 0,4$  (avec  $a$  la longueur de l'entaille et  $t$  l'épaisseur de l'échantillon) est réalisée sur l'échantillon à l'aide d'une scie. Avantage de cet essai, un capteur LVDT, Solartron, de type palpeur numérique et d'une course totale de 2 mm, peut être fixé sur l'éprouvette afin de suivre l'ouverture de l'entaille. Les appuis de la presse Instron sont disposés de façon à avoir  $S/R = 0,6$ , avec  $S$  la distance entre les appuis et  $R$  le rayon du demi-disque. Le chargement des éprouvettes est fait à une vitesse constante de  $0,2 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  jusqu'à la rupture. Pour l'acquisition des données, un système électronique est adapté pour relever toutes les

500 ms la valeur de la force appliquée grâce au capteur de force de la presse Instron et la valeur de la déformation grâce au capteur LVDT.

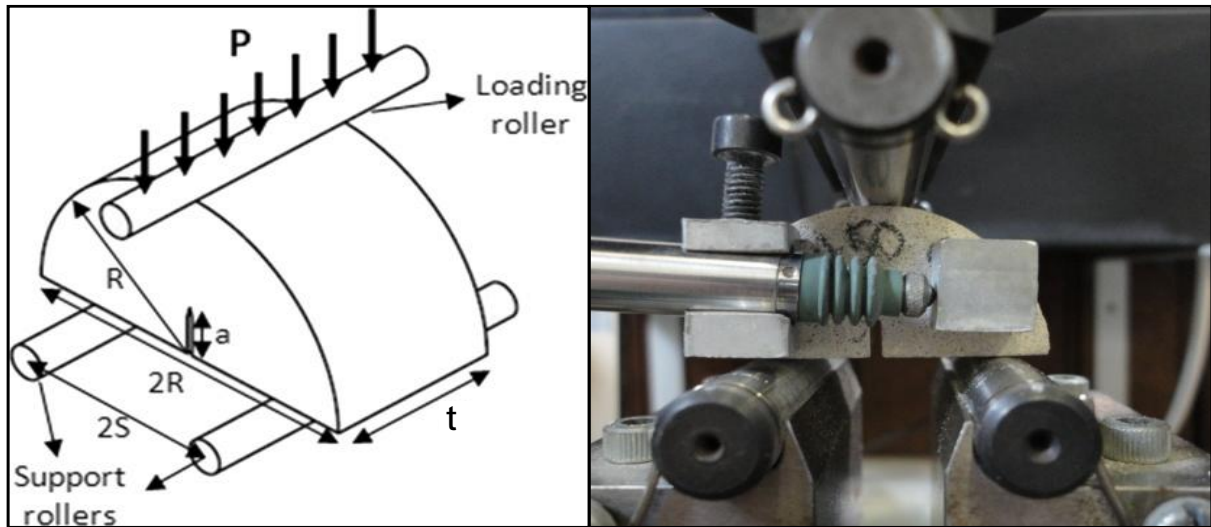


Figure 2-11 : Essai de flexion semi-circulaire

## IV. VIEILLISSEMENT ARTIFICIEL PAR DES CYCLES DE GEL-DEGEL

### IV.1. Les cycles de gel-dégel

#### IV.1.1. Protocole expérimental pour les cycles de gel-dégel

Les pierres sélectionnées sont de diverses origines géographiques en France. Il est difficile de représenter le climat subi par chacune des pierres dans sa région d'origine et de comparer les climats entre eux. L'essai de gel-dégel a donc été réalisé en adaptant la norme NF EN 12371. Les phases de gel et de dégel s'effectuent à l'air dans une chambre froide munie d'une unité de régulation de température pilotée par un appareil Eurotherm 2500. Chaque étape de gel ou de dégel dure six heures. La température varie de  $10^{\circ}\text{C}$  à  $-10^{\circ}\text{C}$  et vice-versa à une vitesse de  $4^{\circ}\text{C/h}$ , suivie d'une étape où la température est maintenue constante pendant une heure à  $-10^{\circ}\text{C}$  ou  $+10^{\circ}\text{C}$  (Figure 2-12 (a)). Deux types de saturation sont choisis pour les échantillons, la saturation dans les conditions naturelles (cf. 1.2.2.) et une saturation longue durée (toujours à pression atmosphérique, les échantillons sont laissés en immersion plus de 48h). Les échantillons sont saturés avec une eau dite « équilibrée ». Cette eau, récupérée lors de la préparation des échantillons cylindriques (carottage), est saturée en carbonate, cela permet donc de limiter les phénomènes de dissolution. Lorsque les échantillons sont saturés, ils sont placés dans des sacs en plastique étanches pour éviter toute variation du coefficient de saturation, à cause de l'évaporation, au cours de l'essai de gel-dégel (Figure 2-12 (b)).

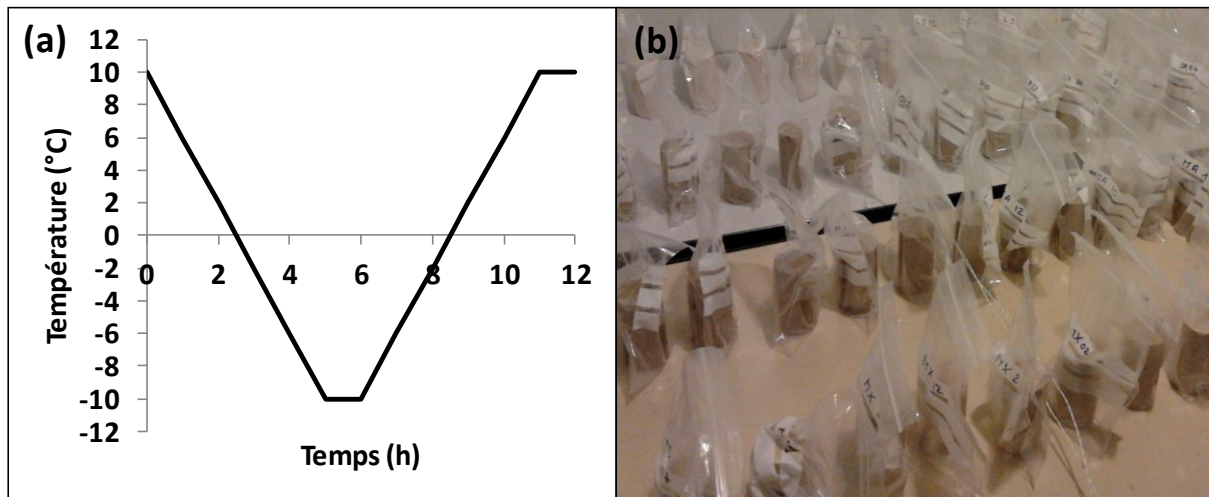


Figure 2-12 : (a) Cycle théorique de gel-dégel (b) Conditionnement pendant les cycles de gel-dégel

#### IV.1.2. Validation du protocole expérimental pour les cycles de gel-dégel

Un échantillon de chaque type de pierre est spécialement préparé pour la mesure de la température. Deux thermocouples sont installés afin de mesurer la température à la surface et au centre de l'échantillon. Pour le thermocouple du centre, un trou de 1 mm de diamètre a été foré depuis la surface jusqu'au centre de l'échantillon au niveau médian. La sonde de température est installée à travers ce trou au centre de l'échantillon. Le trou est ensuite rempli avec un matériau d'isolation thermique ayant un coefficient de conductivité thermique nettement inférieur à celle des échantillons. L'échantillon avec les thermocouples installés est placé à proximité des autres échantillons dans la chambre froide. Les températures à la surface et au centre de l'échantillon sont enregistrées en continu pendant toute la durée de l'essai. La figure 2-13 montre la température à la surface et au centre de l'échantillon au cours de deux cycles de gel-dégel. Dans ces conditions, il n'y a pas de gradient thermique entre le centre et la surface de l'échantillon. La vitesse de refroidissement et de réchauffement choisie est donc acceptable.

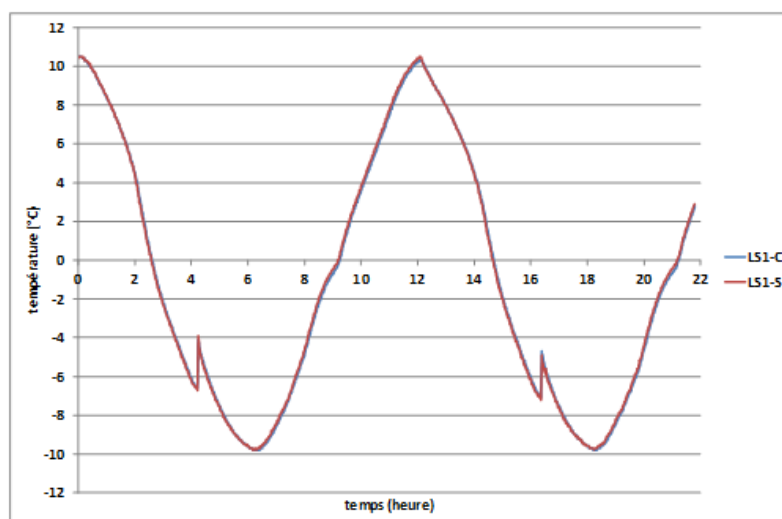


Figure 2-13 : Exemple de courbe de température en fonction du temps (courbe rouge : température en surface ; courbe bleue : température au centre de l'échantillon)



Selon la norme, la phase de dégel doit s'effectuer dans l'eau pour assurer le maintien de la saturation des échantillons pendant la durée de l'expérience. Des mesures de teneur en eau sont réalisées afin de vérifier si le dégel à l'air dans des sacs étanches modifie la saturation de l'échantillon. Les teneurs en eau moyennes de dix échantillons par type de pierre ayant subi 10 cycles de gel-dégel sont présentées dans le tableau 2-2. Les teneurs en eau montrent peu ou pas de variation après 10 cycles de gel-dégel. Le dégel peut donc être effectué à l'air.

**Tableau 2-2 : Teneur en eau avant et après dix cycles de gel-dégel**

Pierre		Teneur en eau (%)	
Nom usuel	Code	0 cycle	10 cycles
Massangis	MA	1,9	1,9
Lens	LS	6,0	6,0
Migné	MI	14,5	14,5
Savonnières	SA	13,6	13,5
Saint-Maximin	MX	18,9	18,8

## **IV.2. Méthodes utilisées pour le suivi du vieillissement artificiel**

Les essais de gel-dégel sont réalisés sur des échantillons cylindriques de 4 cm de diamètre et de 8 cm de longueur, carottés perpendiculairement aux litages. Pour chaque type de pierre, un échantillon instrumenté avec des thermocouples et un échantillon instrumenté avec quatre jauges de déformation (cf. **III.2.2.**) sont placés dans la chambre froide pour suivre la température à la surface et au centre de l'échantillon et leurs déformations au cours des cycles de gel-dégel.

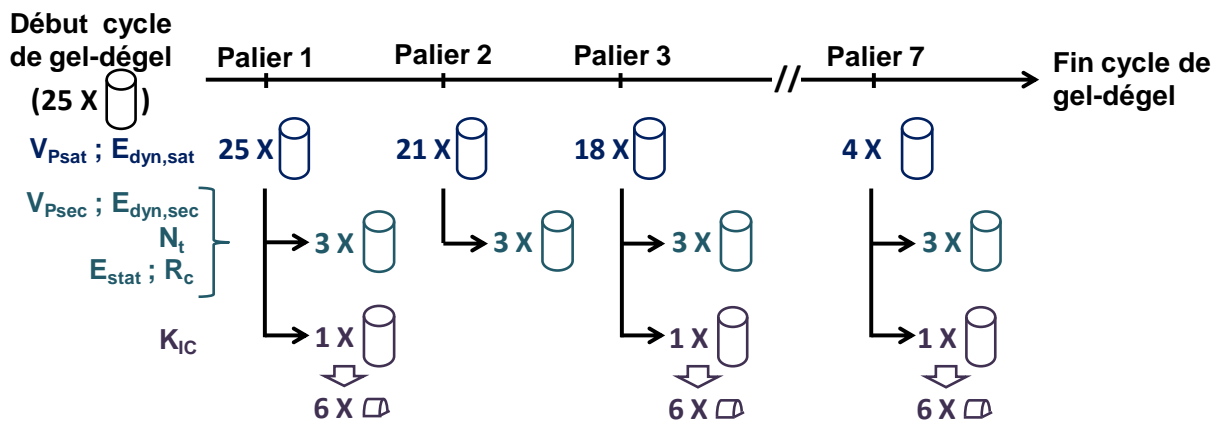
Pour chaque type de pierre, un lot de vingt-cinq carottes intactes pour chaque saturation est préparé. Sept paliers de mesure des propriétés physico-mécaniques sont réalisés jusqu'à la rupture des échantillons (Figure 2-14) ; chaque palier correspond à un nombre de cycles de gel-dégel différent selon les pierres.

Des essais préliminaires de cycles de gel-dégel sur les pierres ont permis de déterminer le nombre de cycle de gel-dégel avant endommagement ou rupture des échantillons ainsi que les paliers de mesure les plus adéquats pour chacune des pierres (Tableau 2-3). Les pierres de Massangis et de Lens sont soumises à 320 cycles de gel-dégel avec des paliers tous les 50 cycles sauf pour le dernier palier qui est de 20 cycles. Pour la pierre Savonnières, le nombre de cycle de gel-dégel est différent selon la saturation naturelle (SA-) ou la saturation de longue durée (SA+), les échantillons de la saturation naturelle sont soumis à 60 cycles et les échantillons de la saturation longue durée sont soumis à 150 cycles de gel-dégel, avec des paliers tous les 10 cycles pour les deux saturations. Les pierres de Migné et de Saint-Maximin sont soumises à 30 cycles de gel-dégel avec des paliers tous les 5 cycles.

**Tableau 2-3 : Nombre de cycle de gel-dégel avant endommagement ou rupture et palier de mesure pour chaque pierre**

Pierre	Massangis	Lens	Savonnières		Migné	Saint-Maximin
	MA	LS	SA-	SA+	MI	MX
Nombre de cycle de gel-dégel	320	320	60	150	30	30
Paliers	50	50	10		5	5

A la fin de chaque palier, des mesures de vitesse des ondes P sont effectuées sur tous les échantillons saturés. Trois ou quatre échantillons de chaque pierre sont placés à l'étuve à 60°C pour une analyse ultérieure et les échantillons restants continuent à subir les cycles de gel-dégel. Les mesures de la vitesse des ondes P sur les échantillons à l'état sec sont réalisées sur les échantillons placés à l'étuve, puis les mesures de la porosité totale sont effectuées. Enfin, trois échantillons équipés de jauges subissent l'essai de compression uniaxiale cyclique. Lorsqu'il y a un dernier échantillon dans l'étuve, celui-ci est préparé et utilisé pour l'essai de flexion semi-circulaire. L'échantillon utilisé pour l'essai de flexion semi-circulaire n'est mis à l'étuve qu'un palier sur deux (Figure 2-14). Sur les fragments de pierre obtenus après l'essai de compression uniaxiale cyclique, des analyses de porosimétrie au mercure et des observations de la microstructure par microscopie optique et microscopie électronique à balayage, sont réalisées.



**Figure 2-14 : Suivi des propriétés physico-mécaniques au cours des cycles de gel-dégel**

## V. CONCLUSION

Les méthodes expérimentales décrites dans ce chapitre permettent à la fois de caractériser les pierres d'un point de vue physique et mécanique et de suivre l'évolution des modifications structurales et du comportement mécanique pendant l'altération par des cycles

de gel-dégel. Le tableau 2-4 regroupe l'ensemble de ces caractérisations et précise à quel stade de l'étude de l'altération, elles sont réalisées.

**Tableau 2-4 : Caractérisations utilisées avant, pendant et après altération par des cycles de gel-dégel**

Caractérisations		Avant altération	Suivi de l'altération	Après l'altération
Examen pétrographique	Microscopie Optique sur lames minces	X	-	X
	MEB-EDS	X	-	X
Composition minéralogique	Diffraction des rayons X	X	-	-
Propriétés porales	Porosité totale	X	X	X
	Porosité à 48h	X	-	-
	Coefficient de saturation	X	-	-
	Porosité au mercure	X	X	X
Propriétés de transfert	Capillarité	X	-	-
	Perméabilité	X	-	-
Propriétés Mécaniques	Vitesse des ondes P	X	X	X
	Essai de compression uniaxiale cyclique	X	X	X
	Essai de flexion semi-circulaire	X	X	X

### **CHAPITRE 3. CARACTERISATIONS DES PIERRES SAINES**



Ce chapitre a pour but de présenter les caractérisations physique et mécanique à l'état sain, c'est-à-dire avant le vieillissement artificiel par les cycles de gel-dégel pour les cinq pierres calcaires de l'étude : la pierre de Massangis (MA), la pierre de Lens (LS), la pierre de Migné (MI), la pierre de Savonnières (SA) et la pierre de Saint-Maximin (MX).

## **I. RESULTATS DES CARACTERISATIONS PHYSIQUES SUR LES PIERRES SAINES**

### **I.1. Propriétés pétrographiques**

#### ***I.1.1. Description macroscopique***

Les pierres calcaires étudiées sont des matériaux naturels. La pierre de Lens (LS) est un calcaire de couleur blanc crème sans litage apparent. La pierre de Saint-Maximin (MX) est un calcaire de couleur beige avec des litages très marqués visibles à l'œil nu. La pierre de Savonnière (SA) est un calcaire de couleur gris beige avec des litages visibles à l'œil nu. La pierre de Migné (MI) est un calcaire de couleur blanc crème avec des litages visibles à l'œil nu. La pierre de Massangis (MA) est un calcaire de couleur jaune bisque sans litage apparent mais des inclusions millimétriques sont visibles (Figure 3-1).



**Figure 3-1 : Echantillons de pierres calcaires**

#### ***I.1.2. Description minéralogique***

La caractérisation minéralogique des cinq pierres est réalisée à la fois avec la diffraction des rayons X sur poudre pour connaître la composition minéralogique (Figure 3-2) et avec une étude pétrographique par observation de lames minces colorées au microscope optique (Figure 3-3 à 3-7).

Les diffractogrammes (Figure 3-2) permettent de déterminer que la pierre de Massangis est composée de calcite principalement, de quartz et de quelques impuretés. La quantité de quartz est supérieure à 3% dans la composition minéralogique car il est détecté en diffraction

des rayons X sur poudre mais cela doit être des grains dispersés dans la structure. La pierre de Lens est essentiellement composée de calcite pure avec peu d'impuretés. Les pierres de Migné et de Savonnières sont composées aussi essentiellement de calcite mais avec une quantité d'impureté plus élevée que la pierre de Lens. La pierre de Saint-Maximin est composée d'environ 90% de calcite et d'environ 10% de quartz et de quelques impuretés.

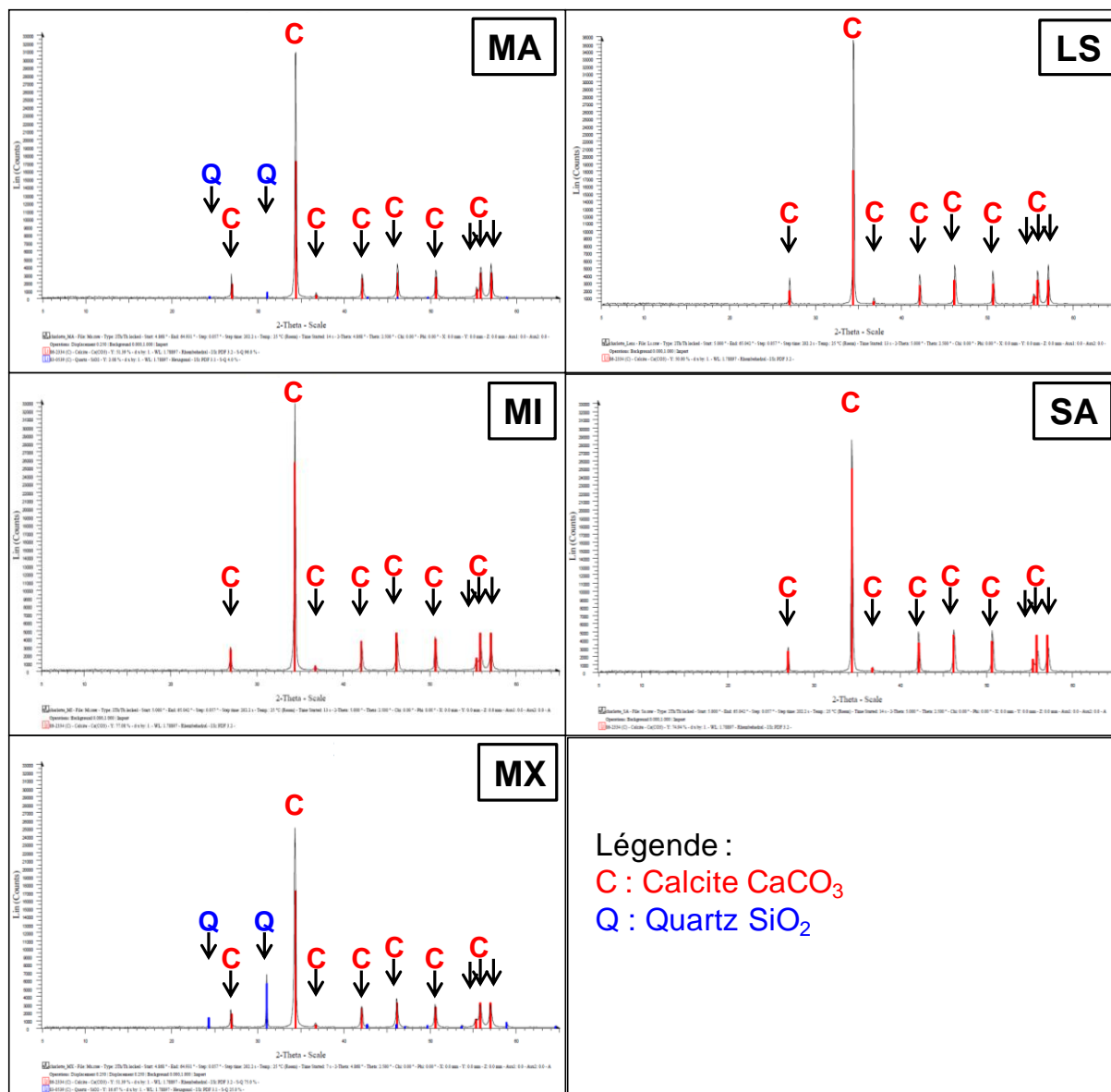
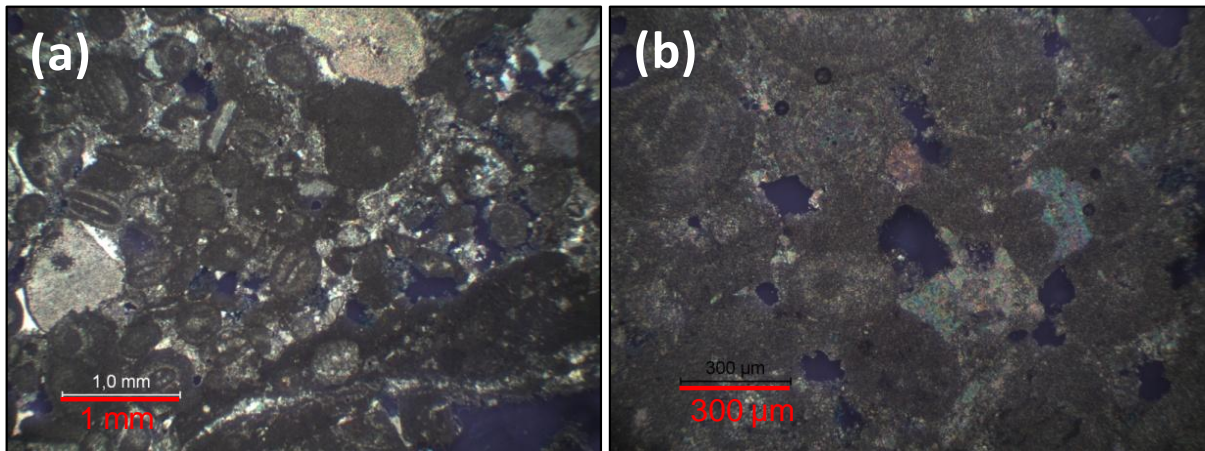


Figure 3-2 : Diffractogrammes des pierres

La pierre de Massangis (Figure 3-3) est un calcaire oolithique contenant quelques fragments de coquilles et de nodules occasionnels de matériaux siliceux. Selon la classification de Folk, cette pierre correspond à une oomicrite. Elle est composée d'oolithes (environ 50%) ainsi que de fragments bioclastiques, algues et lamellibranches. La répartition des grains est hétérogène et dense. La variation de la taille des grains est assez large avec pour les grains les plus importants un diamètre d'environ 700  $\mu\text{m}$  et pour les plus petits grains un diamètre d'environ 200  $\mu\text{m}$ . Les grains sont liés par une matrice micritique, il s'agit de petits grains de calcite d'une taille inférieure à 4  $\mu\text{m}$ . La matrice présente des lacunes, qui sont créatrice de

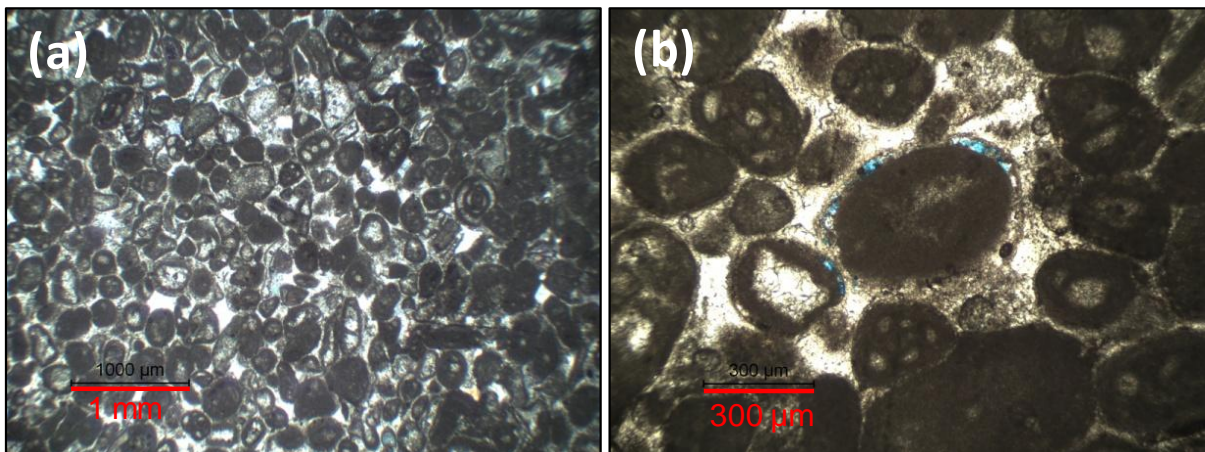


porosité. Ces lacunes représentent une porosité hétérogène allant du micropore jusqu'au macropore.



**Figure 3-3 : Pierre de Massangis (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée**

La pierre de Lens (Figure 3-4) est un calcaire oolithique miliaire. Selon la classification de Folk, il s'agit d'une oobiomicrite. Elle est composée d'oolithes, de foraminifères (ou miliolles) et de quelques algues. Les différents éléments sont supportés par une matrice micritique de taille inférieure à 4 µm. Les grains sont de taille homogène avec un diamètre moyen de 250 µm environ. La répartition des grains est homogène et plus ou moins compact en fonction des zones, ce qui peut avoir une incidence sur la résistance de la pierre. La principale source de lacunes, créatrice de porosité, se situe entre les grains et la matrice (en bleu sur la Figure 3-4(b)), ces lacunes créent de la microporosité.

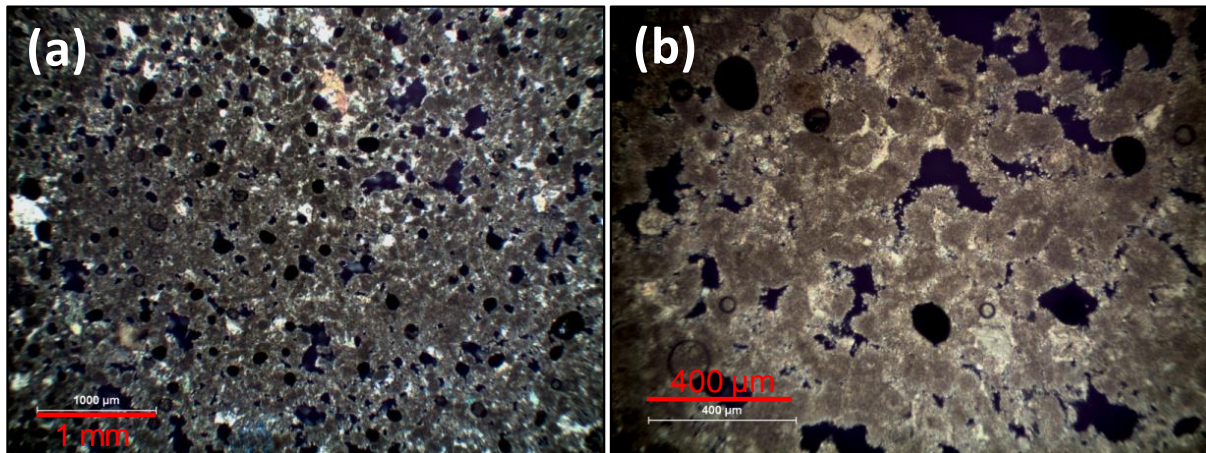


**Figure 3-4 : Pierre de Lens (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée**

La pierre de Migné (Figure 3-5) est un calcaire oolithique. Selon la classification de Folk, cette pierre est un oomicrite. Elle est composée essentiellement d'oolithes. Les grains sont essentiellement supportés par une matrice micritique de taille inférieure à 4 µm, malgré la présence de quelques cristaux de calcite sparitique d'une taille d'environ 10 µm. Les grains sont de taille homogène avec un diamètre moyen de 130 µm environ. La répartition des

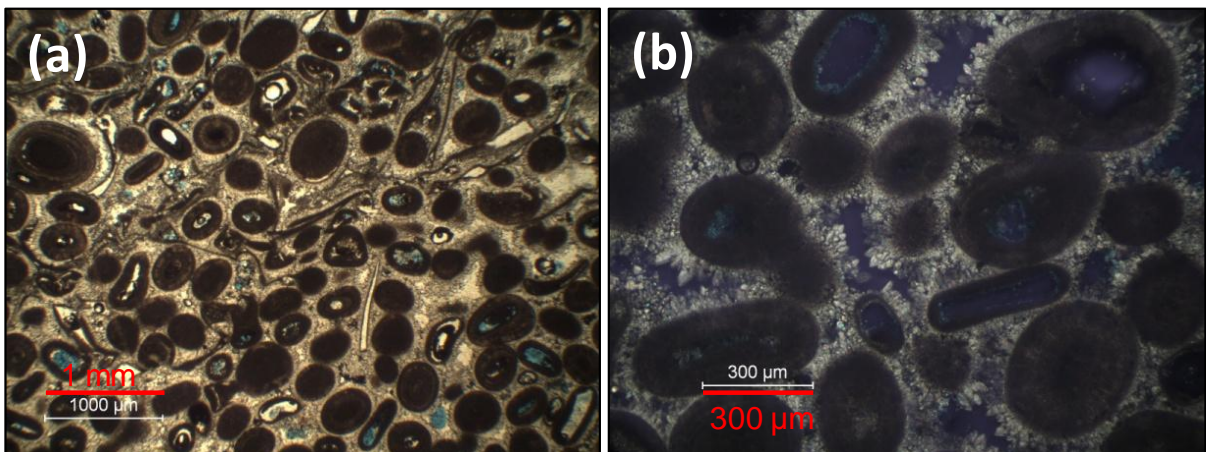


grains est homogène et peu dense, il existe de large zone de matrice. Les lacunes présentes dans la matrice de façon régulière, amène à de la microporosité.



**Figure 3-5 : Pierre de Migné (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée**

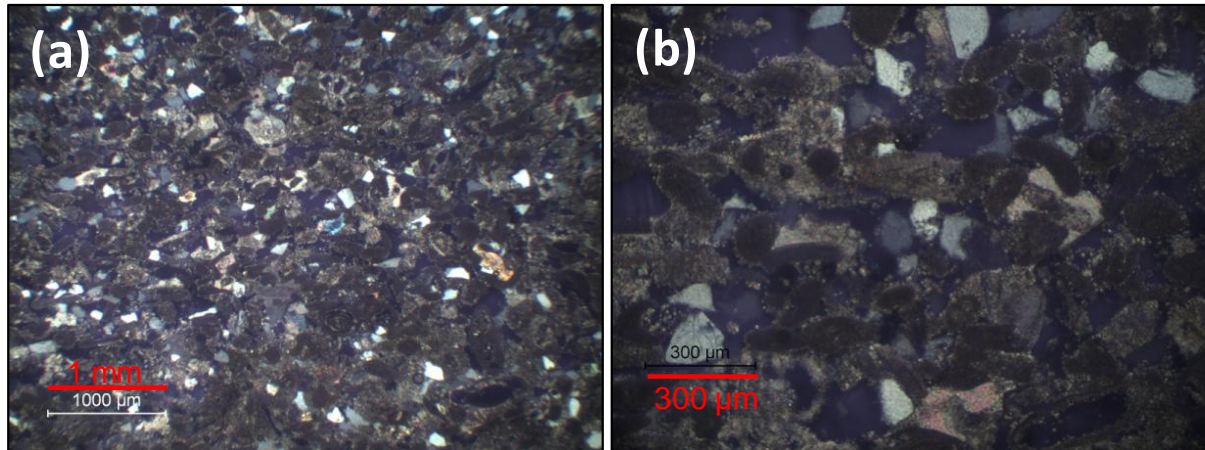
La pierre de Savonnières (Figure 3-6) est un calcaire oolithique et coquillier. Selon la classification de Folk, la pierre de Savonnières est une oomicrosparite. Elle présente essentiellement des oolithes qui peuvent être pleine ou creuse, et quelques lamellibranches sont observées. Il existe deux tailles de grains, les plus importants ont un diamètre d'environ 600 µm et les plus petits d'environ 300 µm. Le ciment qui lie ces grains entre eux est dit microsparitique, ce sont des grains de calcite d'une taille comprise entre 4 et 10 µm. La répartition des grains est homogène et peu dense. La porosité de ce matériau peut avoir deux origines les lacunes dans le ciment et les oolithes creuses, créant ainsi deux tailles de pore.



**Figure 3-6 : Pierre de Savonnières (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée**

La pierre de Saint-Maximin (Figure 3-7) est un calcaire à miliolites et à nummulites avec quelques trous de coquilles de taille diverse. Selon la classification de Folk, il s'agit d'une biomicrite à quartz. Ce calcaire est composé de foraminifères, de lamellibranches, de quartz

(environ 10%) et éventuellement des particules d'argile. Ces éléments sont liés par une matrice micritique d'une taille de 4  $\mu\text{m}$ . La taille des grains de calcaire est en moyenne de 150  $\mu\text{m}$ , celle des grains de quartz est d'environ 100  $\mu\text{m}$ . La répartition des grains est hétérogène, la porosité est diffuse entre les grains, formant une porosité hétérogène.



**Figure 3-7 : Pierre de Saint-Maximin (a) grossissement X32 en lumière polarisée (b) grossissement X100 en lumière polarisée**

L'étude minéralogique montre une grande pureté pour quatre des cinq pierres : la pierre de Massangis, la pierre de Lens, la pierre de Migné et la pierre de Savonnières, avec une composition de près de 98% de calcite. La dernière pierre, la pierre de Saint-Maximin, quant elle est composée de 90% de calcite et 10% de quartz.

Les observations de lames minces par microscopie optique montrent des différences de la microstructure et du réseau poreux entre les pierres. Ces différences sont dues à la taille des grains constitutifs, au réarrangement de ces grains et à leurs formes.

## **I.2. Propriétés du réseau poreux**

### ***I.2.1. Propriétés physiques***

Parmi les propriétés physiques, la masse volumique,  $\rho$  et différentes types de porosités sont analysées. La porosité totale,  $N_t$  représente la quantité de vide totale pour une pierre lors d'une saturation à l'eau sous vide. La porosité à 48 heures,  $N_{48}$  représente la quantité de vide accessible par l'eau à pression atmosphérique. La porosité piégée,  $N_p$  est la quantité de pore non accessible dans les conditions naturelles de saturation (Fronteau, 2000). Elle provient des bulles d'air piégées dans le milieu poreux lors de l'immersion à pression atmosphérique (Prick, 1997). Le tableau 3-1 regroupe les résultats obtenus pour ces différentes propriétés pour les cinq pierres (moyenne sur quarante échantillons par pierre), en suivant les protocoles expérimentaux présentés dans le chapitre 2.

**Tableau 3-1 : Porosités et masse volumique des pierres saines**

Pierre		Porosité totale $N_t$ (%)	Porosité à 48h $N_{48}$ (%)	Porosité piégée $N_p$ (%)	Masse volumique $\rho$ ( $\text{kg.m}^{-3}$ )	Nombre d'échantillons testés
Nom usuel	Code					
Massangis	MA	<b>10,7 ± 1,2</b>	<b>4,4 ± 0,8</b>	<b>6,3 ± 0,6</b>	<b>2369,0 ± 31,5</b>	40
Lens	LS	<b>14,3 ± 0,9</b>	<b>12,7 ± 0,9</b>	<b>1,5 ± 0,6</b>	<b>2307,5 ± 38,2</b>	40
Migné	MI	<b>28,8 ± 0,8</b>	<b>27,5 ± 0,7</b>	<b>1,4 ± 0,4</b>	<b>1909,0 ± 22,5</b>	40
Savonnières	SA	<b>31,5 ± 1,7</b>	<b>18,6 ± 0,8</b>	<b>13,0 ± 1,9</b>	<b>1856,6 ± 22,1</b>	40
Saint-Maximin	MX	<b>35,4 ± 1,8</b>	<b>28,2 ± 1,6</b>	<b>8,9 ± 1,3</b>	<b>1751,4 ± 50,7</b>	40

Le coefficient de saturation à 48 heures ou coefficient de Hirschwald des pierres expose son état de saturation lors d'une saturation dans les conditions naturelles (Hirschwald, 1908). Dans le cadre de l'étude de la résistance des pierres calcaire aux cycles de gel-dégel, deux saturations sont étudiées. La première saturation,  $S_{48}$  correspond à la saturation obtenue en 48 heures dans les conditions naturelles. La seconde saturation testée correspond à une saturation longue durée,  $S_+$  en laissant les échantillons des différents calcaires pendant vingt et un jours en immersion et toujours à pression atmosphérique. Les résultats obtenus sont regroupé dans le tableau 3-2 (moyenne sur 20 échantillons par pierre et par saturation).

**Tableau 3-2 : Coefficients de saturation à 48 heures et longue durée des pierres saines**

Pierre		Coefficient de saturation $S_{48}$ (%)	Coefficient de saturation longue durée $S_+$ (%)	Nombre d'échantillons testés par saturation
Nom usuel	Code			
Massangis	MA	<b>40,8 ± 3,4</b>	<b>41,1 ± 3,6</b>	20
Lens	LS	<b>89,4 ± 3,9</b>	<b>90,1 ± 4,2</b>	20
Migné	MI	<b>95,3 ± 1,3</b>	<b>95,6 ± 1,3</b>	20
Savonnières	SA	<b>59,1 ± 4,1</b>	<b>73,2 ± 5,2</b>	20
Saint-Maximin	MX	<b>80,8 ± 3,2</b>	<b>81,2 ± 0,5</b>	20

Les pierres sélectionnées pour cette étude montrent une large gamme de porosité totale variant de 10,7 % pour la pierre de Massangis jusqu'à 35,5 % pour la pierre de Saint-Maximin et une diversité des réseaux poreux des cinq calcaires visible avec la porosité piégée et les coefficients de saturation.

La pierre de Massangis a la porosité totale la plus faible des cinq calcaires, avec plus de porosité piégée que de porosité accessible naturellement par l'eau. Son réseau poreux doit

donc limiter l'absorption en eau de la pierre, d'où des coefficients de saturation très faibles quelque soit la durée de la saturation.

La pierre de Lens a une porosité totale assez faible, avec une porosité naturelle proche de la porosité totale. Son réseau poreux permet le remplissage de quasiment l'ensemble des pores, c'est pour cette raison que les coefficients de saturation sont très élevés et qu'il n'y a pas de différence notable entre le coefficient de saturation à 48 heures et le coefficient de saturation longue durée.

La pierre de Migné a une porosité relativement élevée et une porosité à 48h très proche de la porosité totale, comme pour la pierre de Lens. Le réseau poreux permet donc un remplissage de quasiment la totalité des pores, c'est pour cette raison que les coefficients de saturation sont très élevés et de nouveau comme pour la pierre de Lens, il n'existe pas de différences importantes entre ces coefficients de saturation.

La pierre de Savonnières a une porosité totale élevée, avec un peu moins de la moitié de porosité piégée. Cette quantité de pore non accessible à l'eau dans les conditions naturelles explique que le coefficient de saturation dans les conditions naturelles soit relativement faible. Cependant lorsque la durée de la saturation est augmentée, une forte augmentation du coefficient de saturation est observée (+14,1%) ; soit la saturation du matériau ne se fait plus seulement par capillarité mais par dissolution et diffusion de l'air dans l'eau (Bousquié, 1979) ; soit le remplissage des oolithes creuses est plus long que la porosité située dans le ciment à cause de la perméabilité de la pierre, une fois ces oolithes creuses remplies d'eau la porosité piégée est comblée et la quantité d'eau et donc le coefficient de saturation sont plus importants. Pour la pierre de Savonnières, l'étude des deux cas de saturation lors du vieillissement artificiel par les cycles de gel-dégel montre donc un intérêt particulier.

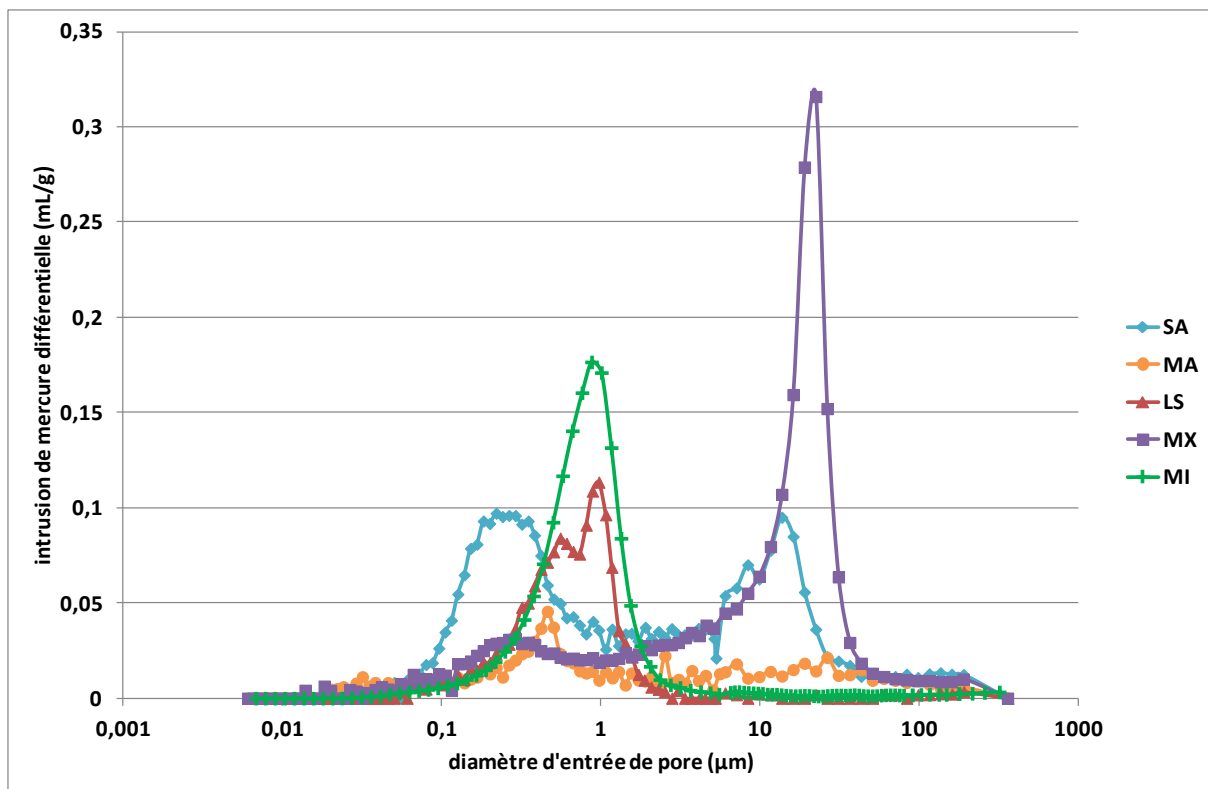
La pierre de Saint-Maximin a la porosité totale la plus élevée de toutes les pierres étudiées, et aussi une porosité naturellement accessible à l'eau importante. Cette porosité naturellement accessible à l'eau confère à la pierre des coefficients de saturation relativement élevés qui ne varient pas selon la durée de la saturation.

### ***1.2.2. Distribution de la taille d'entrée des pores – Morphologie du réseau poreux***

La porosimétrie au mercure permet d'obtenir des informations sur la distribution de la taille d'accès des pores, la porosité totale,  $N_{Hg}$  et la morphologie des réseaux poreux. Les essais sont réalisés selon la méthode décrite dans le chapitre 2. La figure 3-8 présente la distribution des tailles d'accès des pores en fonction de la quantité de mercure injecté et le tableau 3-3 regroupent les données obtenues sur trois échantillons par pierre avec la porosité totale  $N_{Hg}$ , le type de réseau poreux, le diamètre médian  $d_{50}$  et le pourcentage de pore selon trois classes de taille (Nieminen 1988 ; Bourguès, 2008) :

- inférieure à 0,1  $\mu m$ , ce sont les pores où la condensation capillaire a lieu ;
- comprise entre 0,1 et 5  $\mu m$ , ce sont les pores capillaires ;
- supérieure à 5  $\mu m$ , ce sont les pores où le transport de l'eau suit la loi de Darcy.





**Figure 3-8 : Distribution du diamètre d'accès des pores pour les pierres saines**

Les valeurs de porosité totale par porosimétrie de mercure sont inférieures de façon systématique aux porosités totales obtenues à l'eau sous vide, mais les porosités totales restent dans le même ordre de grandeur pour toutes les pierres.

La pierre Massangis présente un réseau poreux hétérogène avec des tailles d'entrée de pore variées allant de 0,02 μm jusqu'à 360 μm, avec 50% des pores dont la taille est inférieure à 1,5 μm. L'observation d'un réseau hétérogène faite sur la courbe de distribution en taille d'accès des pores est confirmée par le classement en pourcentage de pore selon taille de ceux-ci. Une famille de pores capillaires centrée sur 0,4 μm semble plus importante. Son réseau poreux hétérogène limite donc l'absorption en eau, c'est pour cela que les coefficients de saturation sont si faibles.

La pierre de Lens a un réseau bimodal, avec deux familles de pores capillaires très proches centrée sur 0,5 et 0,9 μm, d'où le pourcentage de pore le plus élevée pour les tailles comprises entre 0,1 et 5 μm et un diamètre médian de 0,7 μm. Comme les deux familles de pore sont très proches, l'absorption de l'eau est facilitée et c'est pour cela que les coefficients de saturation de cette pierre sont aussi élevés. Le comportement de cette pierre se rapproche plus d'un réseau poreux unimodal.

La pierre de Migné présente un réseau poreux unimodal avec une famille de pore capillaire centrée sur 0,9 μm et un diamètre médian de 0,8 μm, c'est aussi pour cette raison que le pourcentage de pore entre 0,1 et 5 μm est le plus élevée. L'unique famille de pore capillaire permet le remplissage de l'ensemble des pores, obtenant ainsi des coefficients de saturation les plus élevés des cinq pierres.

La pierre de Savonnière possède un réseau poreux bimodal, les tailles d'entrée des deux familles de pores sont centrées sur 0,3 et 13,0 μm. La première famille de pore représente les pores capillaires et sont les plus nombreux d'après le pourcentage de pore dont la taille

est comprise entre 0,1 et 5  $\mu\text{m}$  et puisque le diamètre médian est de 1,5  $\mu\text{m}$ . Les deux familles de pores peuvent représenter la porosité existant entre les oolites et la porosité présente dans les oolites creuses. Le réseau poreux bimodal explique la quantité importante de porosité piégée et du coefficient de saturation relativement faible. La cinétique d'absorption est dépendante de la dimension et de la distribution des pores, l'ascension capillaire est la plus forte dans les pores étroits (ici, 0,3  $\mu\text{m}$ ) et les macropores (ici, 13,0  $\mu\text{m}$ ) sont remplis d'air (Prick, 1997).

La pierre de Saint-Maximin présente aussi un réseau bimodal comme pour la pierre de Savonnières, les tailles d'accès des familles de pore sont centrées sur 0,3 et 22,5  $\mu\text{m}$ . La famille de pore à 0,3  $\mu\text{m}$  représente des pores capillaires. La famille de macropore à 22,5  $\mu\text{m}$  est la plus importante d'après le pourcentage de taille des pores supérieur à 5  $\mu\text{m}$  et le diamètre médian de 16,1  $\mu\text{m}$ . La cinétique d'absorption d'un réseau bimodal explique la présence de porosité piégée pour cette pierre au niveau des macropores, qui induit un coefficient de saturation faible. Cependant, cette pierre a un coefficient de saturation relativement élevé par rapport à la pierre de Savonnières mais moins important que les pierres avec un réseau poreux unimodal.

**Tableau 3-3 : Réseaux poreux et pourcentage de pore par catégorie de taille**

Pierre		Porosité totale $N_{\text{Hg}}$ (%)	Type de réseaux poreux	Diamètre médian $d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	Pourcentage de pore (%)			Nombre d'échantillons testés
Nom usuel	Code				< 0,1 $\mu\text{m}$	> 0,1 $\mu\text{m}$ et < 5 $\mu\text{m}$	> 5 $\mu\text{m}$	
Massangis	MA	9,8	Hétérogène	1,5	12,5	61,2	26,3	3
Lens	LS	13,6	Bimodal	0,7	2,4	96,0	1,6	3
Migné	MI	27,0	Unimodal	0,8	1,6	92,2	6,2	3
Savonnières	SA	29,3	Bimodal	1,5	3,4	70,2	26,4	3
Saint-Maximin	MX	29,8	Bimodal	16,1	4,3	37,7	58,0	3

### ***1.2.3. Hétérogénéité au sein des pierres***

Cette étude étant réalisée sur des matériaux naturels, un certains nombre de paramètre ne sont donc pas contrôlables comme l'homogénéité des blocs de pierre issus des carrières d'où sont extraites les carottes pour chaque type de calcaire. Pour visualiser l'hétérogénéité qui existe au sein de la pierre, la totalité des carottes d'un bloc (25\*25\*25cm) de chaque type de pierre est analysé par porosité totale à l'eau sous vide. Les carottes sont de 4 cm de diamètre et de 8 cm de hauteur ; sur une face d'un bloc, vingt-cinq carottes sont réalisables, ces vingt-cinq carottes de 25 cm de hauteur sont sciées afin d'obtenir de deux carottes de 8 cm de hauteur. La figure 3-9 représente de façon schématique la variation de la porosité totale au sein d'un bloc d'une même pierre, la face supérieure du cube représente la porosité totale des carottes de la partie supérieure et la face inférieure représente la porosité totale

de la partie basse du bloc. Le tableau 3-4 présente les moyennes et écart-types pour chaque face pour chaque pierre.

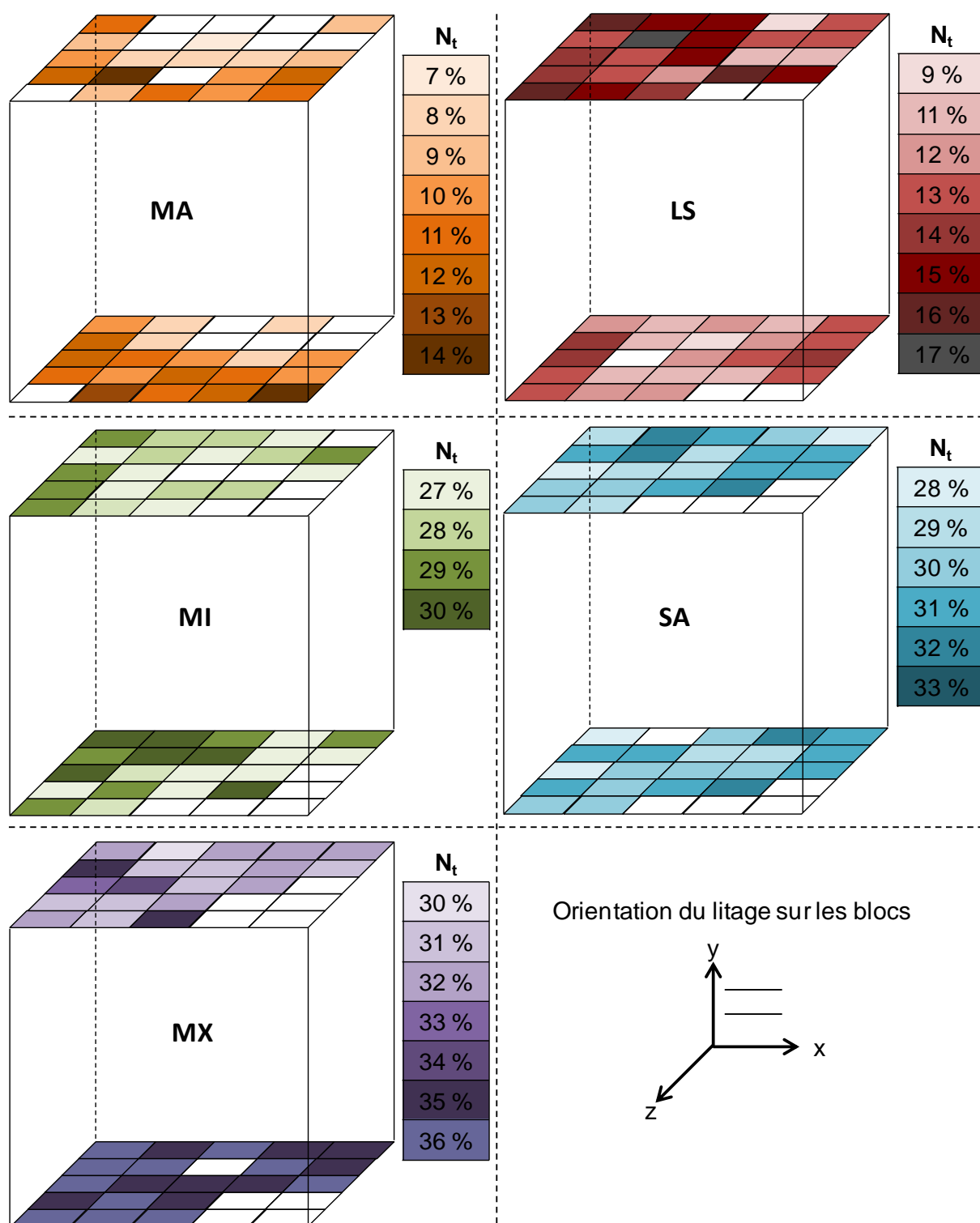


Figure 3-9 : Variation de la porosité totale sur les carottes issues d'un même bloc

La pierre Massangis présente une variation de la porosité totale importante pouvant aller du simple (7%) au double (14%) ; cependant la porosité totale moyenne entre les deux faces (Tableau 3-4) ne montre pas de variation flagrante. Il existe donc des hétérogénéités au sein de cette pierre mais elles sont peu importantes.

La pierre de Lens a aussi une variation de la porosité importante avec un écart entre la valeur la plus basse et la valeur la plus haute de 8%. La porosité totale moyenne en fonction des faces (Tableau 3-4) montrent quant à elle, un écart d'environ 2%. La pierre de Lens présente donc des litages au sein de sa structure mais ils ne sont pas visibles à l'œil nu.

La variation de la porosité totale au sein du bloc pour la pierre de Migné est la plus faible avec une étendue des valeurs de 3%, et un écart de la porosité totale moyenne entre les faces inférieures et supérieures de 0,6%. Cette pierre ne semble donc pas présenter d'hétérogénéité.

La pierre de Savonnière présente une variation de la porosité totale de 5% mais la porosité totale moyenne des deux faces est quasiment identique. Cette pierre semble donc homogène malgré la présence de litage visible à l'œil nu.

La pierre de Saint-Maximin a une variation de la porosité totale de 6% au sein du bloc et un écart de porosité totale moyenne entre les deux faces de 3,4%. Ces écarts de porosité sont probablement dus à la présence de litages visibles à l'œil nu.

**Tableau 3-4 : Porosité totale en fonction de la face**

Pierre		Porosité totale moyenne $N_t$ (%) de la face supérieure du bloc	Porosité totale moyenne $N_t$ (%) de la face inférieure du bloc	Nombre d'échantillons testés par face du bloc
Nom usuel	Code			
Massangis	MA	<b>10,2 ± 2,0</b>	<b>10,6 ± 2,0</b>	25
Lens	LS	<b>14,2 ± 1,9</b>	<b>12,8 ± 1,8</b>	25
Migné	MI	<b>28,4 ± 1,0</b>	<b>29,0 ± 0,9</b>	25
Savonnières	SA	<b>30,6 ± 1,1</b>	<b>30,8 ± 1,0</b>	25
Saint-Maximin	MX	<b>32,4 ± 1,5</b>	<b>35,8 ± 0,5</b>	25

Ces variations de la porosité totale au sein d'un bloc montrent une certaine hétérogénéité entre les échantillons. Même si les carottes semblent homogènes, l'hétérogénéité est un paramètre dont il faut tenir compte lorsque les carottes d'une même pierre sont comparées entre elles.

### **I.3. Propriétés de transfert de l'eau**

#### ***I.3.1. Capillarité***

La capillarité d'une pierre représente sa capacité à absorber l'eau sous l'effet de forces capillaires. Cet essai est réalisé seulement sur des échantillons carotté de façon



perpendiculaire aux litages seulement à l'état sain selon le protocole présenté dans le chapitre 2. La figure 3-10 montre les courbes d'imbibition capillaire en fonction du temps, ainsi que les coefficients de capillarité associés pour les cinq pierres (moyenne sur trois échantillons par pierre).

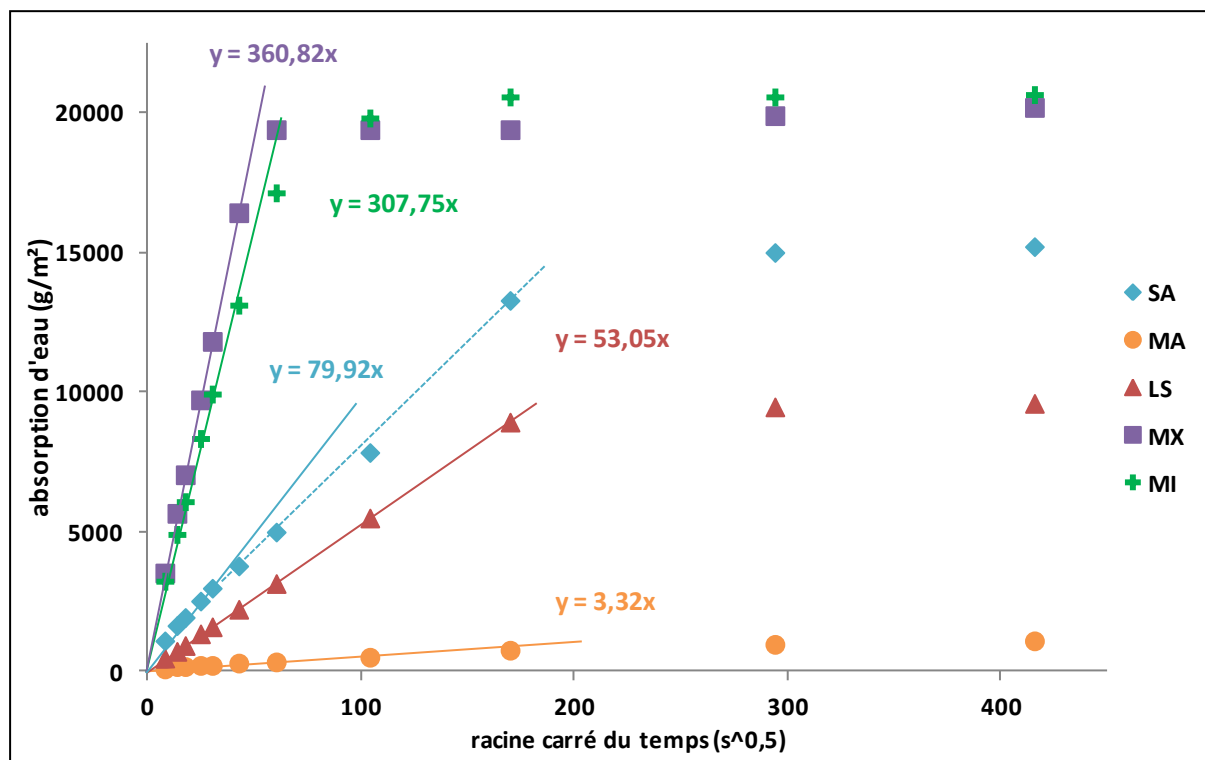


Figure 3-10 : Courbes d'imbibition capillaire des pierres saines

Les courbes d'imbibition capillaire se présentent sous la même forme, il y a dans un premier temps une partie linéaire avec une ou deux pentes, la première pente correspond au coefficient de capillarité, suivi d'un palier.

La pierre de Massangis a un coefficient de capillarité très faible de 3,32 g.m<sup>-2</sup>.s<sup>-0,5</sup>. La pierre de Lens a pour coefficient 53,05 g.m<sup>-2</sup>.s<sup>-0,5</sup> et la pierre de Savonnières a un coefficient de capillarité de 79,92 g.m<sup>-2</sup>.s<sup>-0,5</sup>; ce sont des coefficients de capillarité relativement moyens. Les pierres de Migné et de Saint-Maximin ont des forts coefficients de capillarité, respectivement 360,82 g.m<sup>-2</sup>.s<sup>-0,5</sup> et 307,75 g.m<sup>-2</sup>.s<sup>-0,5</sup>. Les coefficients de capillarité sont dépendants de la morphologie du réseau poreux et donc de la porosité. Ici, les coefficients de capillarité semblent plus liés à la porosité à 48h qu'à la porosité totale, car ils suivent la même tendance que la porosité à 48h.

L'allure des courbes d'imbibition capillaire permet de retrouver le type de réseau poreux (Mertz, 1991) en fonction du nombre de pente présent sur la courbe, puisque l'absorption d'eau est gouvernée par la morphologie du réseau poreux. La courbe de capillarité de la pierre de Massangis est bien représentative d'un réseau poreux hétérogène. La pierre de Lens qui a un réseau bimodal mais avec deux tailles de famille de pore très proches et la pierre de Migné qui a un réseau unimodal, possèdent bien qu'une seule pente sur leurs courbes d'imbibition. Pour la pierre de Savonnières, deux pentes peuvent être distinguées mais celles-ci sont relativement proches, la bimodalité du réseau poreux est cependant retrouvée. Par contre, la pierre de Saint-Maximin, qui a un réseau poreux bimodal bien

marqué, ne possède qu'une seule pente sur sa courbe d'imbibition. Pour cette pierre, l'imbibition capillaire est très rapide et la famille de pores fins se sature rapidement et la macroporosité, très importante dans cette pierre, reste remplie d'air au cours du temps.

### ***1.3.2. Perméabilité à l'eau***

La perméabilité définit la capacité de la pierre à se laisser traverser par un fluide, cette propriété dépend du réseau poreux et de conditions extérieures comme la nature du fluide (Homand, 2000). La perméabilité à l'eau est mesurée pour la pierre de Massangis et la pierre Lens selon la méthode exposée dans le chapitre 2. Le tableau 3-5 regroupe les données obtenues.

La pierre de Massangis, la pierre la moins poreuse, est la pierre la moins perméable. Et, la pierre de Saint-Maximin qui est la pierre la plus poreuse est la plus perméable. De plus, la perméabilité est d'autant plus grande que le diamètre de pore moyen est important (Rousset, 2001). Il est donc logique que la pierre de Saint-Maximin soit la pierre avec la perméabilité la plus élevée, puisqu'elle a le diamètre médian le plus grand ( $d_{50} = 16,1 \mu\text{m}$ ). Toujours en considérant le diamètre  $d_{50}$ , l'ordre des pierres de la plus perméable à la moins perméable est la pierre de Savonnières ( $d_{50} = 1,5 \mu\text{m}$ ), puis de la pierre de Migné ( $d_{50} = 0,8 \mu\text{m}$ ), suivie de la pierre de Lens ( $d_{50} = 0,7 \mu\text{m}$ ). Seule la pierre de Massangis ne suit pas cette tendance, car malgré un diamètre médian relativement grand ( $d_{50} = 1,5 \mu\text{m}$ ), c'est la pierre la moins perméable, dans ce cas là, le réseau poreux hétérogènes et la faible porosité totale mène à cette perméabilité très faible.

**Tableau 3-5 : Perméabilité des pierres saines (\* : valeur relevée dans la littérature (De Witte, 2001))**

Pierre		Perméabilité (m <sup>2</sup> )	Nombre d'échantillons testés
Nom usuel	Code		
Massangis	MA	<b><math>2,43.10^{-18}</math></b>	3
Lens	LS	<b><math>4,34.10^{-16}</math></b>	3
Migné	MI	<b><math>1,36.10^{-14} *</math></b>	-
Savonnières	SA	<b><math>6,37.10^{-13} *</math></b>	-
Saint-Maximin	MX	<b><math>6,44.10^{-12} *</math></b>	-

## **1.4. Vitesse des ondes ultrasonores**

### ***1.4.1. Vitesse des ondes P***

La vitesse des ondes ultrasonores est déterminée selon la méthode exposée dans le chapitre 2 (moyenne sur quarante échantillons par pierre). La mesure de la vitesse des

ondes de compression  $V_p$  dans un matériau à l'état sec et saturé permet de mettre en évidence la porosité, l'état de fissuration (Tableau 3-6). La mesure de la vitesse des ondes de façon perpendiculaire ou parallèle aux litages permet de rendre compte de l'anisotropie de la pierre (Tableau 3-7).

**Tableau 3-6 : Vitesses des ondes P des pierres saines**

Pierre		Vitesse des ondes P ( $m.s^{-1}$ ) (axe longitudinal)		Nombre d'échantillons testés
Nom usuel	Code	Etat sec	Etat saturé à 48h	
Massangis	MA	<b>5112,4</b> $\pm$ 119,9	<b>5342,0</b> $\pm$ 169,6	40
Lens	LS	<b>4206,2</b> $\pm$ 187,8	<b>4236,2</b> $\pm$ 99,6	40
Migné	MI	<b>2744,2</b> $\pm$ 95,5	<b>2560,9</b> $\pm$ 129,7	40
Savonnières	SA	<b>2978,6</b> $\pm$ 98,6	<b>3141,0</b> $\pm$ 88,7	40
Saint-Maximin	MX	<b>2776,7</b> $\pm$ 149,6	<b>2672,0</b> $\pm$ 183,3	40

La vitesse des ondes P est influencée par la porosité, les inclusions, les défauts... et par l'état de saturation du matériau. Pour les calcaires, la vitesse des ondes P peut varier de 2000 à 7000  $m.s^{-1}$ . A l'état sec, la propagation des ondes est perturbée par la présence de vides et donc d'air dans les pierres ; la vitesse est donc proportionnelle à la porosité totale. A l'état sec, les pierres de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin présente des vitesses des ondes P de l'ordre de 2000  $m.s^{-1}$ , ce qui est caractéristique des roches poreuses (Bourbie, 1985). Pour les pierres de Massangis et de Lens, pierres moins poreuses, la vitesse des ondes P est nettement supérieure à l'état sec.

Lorsque les pierres sont saturées totalement à l'eau sous vide, leurs vitesses des ondes P doit augmenter, car la vitesse des ondes P est plus grande dans l'eau que dans l'air et le module d'incompressibilité est plus important en milieu saturé. Dans le cadre de cette étude, seules les vitesses des ondes P à l'état saturé à 48 heures, c'est-à-dire partiellement saturé, sont étudiées. Pour les pierres de Massangis, de Lens et de Savonnières, la saturation même partielle provoque une augmentation de la vitesse des ondes P. Par contre, pour les pierres de Migné et de Saint-Maximin, la vitesse des ondes P à l'état saturé diminue. La vitesse des ondes dans la pierre est dépendante des propriétés élastiques et de l'espace poreux (Yasar, 2004) qui peut être plus ou moins saturé en fluide. Un état partiellement saturé est un état complexe avec un régime triphasique avec la phase solide et deux phases de fluides : l'eau et l'air qui possèdent des densités et des propriétés élastiques différentes. Plus le nombre d'interface eau/air, qui s'ajoute aux interfaces eau/solide, est important plus la propagation des ondes P est perturbé et plus la vitesse des ondes P diminue. La morphologie des réseaux poreux est donc importante et influence la vitesse des ondes. En fonction de l'état de saturation et de la façon dont l'eau est présente au niveau de la phase solide de la pierre, le nombre d'interface eau/air peut varier et donc influencer la vitesse des ondes P. Les pierres de Migné et de Saint-Maximin présentent des vitesses des ondes P à

l'état saturé plus faible qu'à l'état sec, cela signifierait que le nombre d'interface eau/air est beaucoup plus important pour ces pierres que pour les pierres de Massangis, de Lens et de Savonnières. Cependant, les pierres de Migné et de Saint-Maximin ont des coefficients de saturation à 48 heures relativement élevés, respectivement  $95,3 \pm 1,3 \%$  et  $80,8 \pm 1,3 \%$  ; le nombre d'interface eau/air doit donc être faible. La morphologie de leurs réseaux poreux doit donc être l'origine de cette différence de vitesse des ondes P entre l'état sec et saturé.

Les mesures de la vitesse des ondes P selon deux directions : parallèle et perpendiculaire aux litages, montre l'anisotropie de l'échantillon. Pour quantifier cette anisotropie, l'indice d'anisotropie, IA est calculé à partir des deux vitesses selon la relation suivante (Homand, 2000) :

$$IA = \frac{V_{max} - V_{min}}{V_{max}} \times 100 \quad (3-1)$$

**Tableau 3-7 : Vitesses des ondes P selon l'axe de mesure par rapport au litage et Indice d'anisotropie**

Pierre		Vitesse des ondes P (m.s <sup>-1</sup> ) à l'état saturé à 48h		Indice d'anisotropie (%)	Nombre d'échantillons testés
Nom usuel	Code	⊥	//		
Massangis	MA	<b>5342,0</b> ± 169,6	<b>5286,6</b> ± 144,5	<b>1,0</b>	40
Lens	LS	<b>4236,2</b> ± 99,6	<b>4282,7</b> ± 172,4	<b>1,1</b>	40
Migné	MI	<b>2560,9</b> ± 129,7	<b>2405,8</b> ± 157,3	<b>6,1</b>	40
Savonnières	SA	<b>3141,0</b> ± 88,7	<b>3272,2</b> ± 187,0	<b>4,0</b>	40
Saint-Maximin	MX	<b>2672,0</b> ± 183,3	<b>2405,8</b> ± 129,4	<b>4,9</b>	40

Les pierres de Massangis et de Lens peuvent être considérées comme des pierres isotropes. Par contre, les pierres de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin présentent un indice d'anisotropie élevé. De plus pour ces pierres, des litages sont visibles à l'œil nu sur les blocs, l'anisotropie de ces pierres est donc due à la présence de litages.

#### ***1.4.2. Indice de continuité – Morphologie des pores***

Lorsque les valeurs de vitesse des ondes P sont associées aux valeurs de porosité totale,  $N_t$ , la part de porosité de pore,  $n_p$  et la part de porosité de fissure,  $n_f$  peuvent être estimées en utilisant le calcul de l'indice de continuité  $I_c$  (Tourenq, 1971).

L'indice de continuité est défini comme le rapport entre la vitesse des ondes P mesurée sur l'échantillon et la vitesse des ondes P théorique calculée à partir de la composition minéralogique.

Pour les pierres de Massangis, Lens, Migné et Savonnières, la vitesse théorique est égale à la vitesse des ondes P dans la calcite : 6320 m.s<sup>-1</sup> (Homand, 2000). Pour la pierre de Saint-

Maximin, la vitesse théorique est égale à 90% de la vitesse des ondes P dans la calcite :  $6320 \text{ m.s}^{-1}$  et 10% de la vitesse des ondes P dans le quartz :  $6050 \text{ m.s}^{-1}$  (Homand, 2000). L'indice de continuité permet de calculer le pourcentage de porosité de pore,  $n_P$ , et le pourcentage de porosité de fissure,  $n_F$ , grâce aux relations suivantes :

$$I_C = 1 - A.n_P - B.n_F \quad \text{et} \quad N_t = n_P + n_F \quad (3-2)$$

avec  $n_P$ , la porosité de pore,  $n_F$ , la porosité de fissure,  $N_t$ , la porosité totale, les constantes A et B ont été déterminées par Tourenq et al. (1971) telles que  $A = 1,6$  et  $B = 22$ .

Le tableau 3-8 présente les valeurs obtenues pour les pierres saines.

**Tableau 3-8 : Indice de continuité et pourcentage de chaque type de porosité pour les pierres saines**

Pierre		Indice de continuité (%)	Porosité totale $N_t$ (%)	Porosité de pore $n_P$ (%)	Porosité de fissure $n_F$ (%)	Nombre d'échantillons testés
Nom usuel	Code					
Massangis	MA	<b>80,2 ± 1,6</b>	<b>10,7 ± 1,2</b>	<b>10,6 ± 0,9</b>	<b>0,07 ± 0,05</b>	40
Lens	LS	<b>69,0 ± 1,6</b>	<b>14,3 ± 0,9</b>	<b>13,9 ± 1,0</b>	<b>0,41 ± 0,02</b>	40
Migné	MI	<b>43,4 ± 1,5</b>	<b>28,8 ± 0,8</b>	<b>28,3 ± 0,8</b>	<b>0,51 ± 0,07</b>	40
Savonnières	SA	<b>47,8 ± 1,1</b>	<b>31,5 ± 1,7</b>	<b>31,4 ± 0,8</b>	<b>0,06 ± 0,03</b>	40
Saint-Maximin	MX	<b>43,3 ± 2,3</b>	<b>35,5 ± 1,8</b>	<b>35,5 ± 0,5</b>	<b>0,02 ± 0,04</b>	40

Les pierres de Massangis, de Savonnières et de Saint-Maximin présentent uniquement une porosité de pore. Les pierres de Lens et de Migné présentent une part de porosité de fissure plus importante, qui n'a cependant pas été détecté par l'analyse pétrographique.

Une représentation graphique de la porosité totale en fonction de l'indice de continuité permet de mettre en évidence la morphologie des pores. La figure 3-11 représente cette représentation graphique pour chaque lot de pierres saines. Sur ce graphique sont aussi présentées deux droites qui permettent de visualiser où se situe la porosité de pore et de fissure.

Les pierres de Lens et de Migné sont les pierres qui présentent le plus de porosité de fissure par rapport aux autres pierres, qui ont une porosité de pore prédominante. Cela est cohérent avec leurs pourcentages de porosité à 48 heures et leurs degrés de saturation. Les pierres de Lens et de Migné ont peu de porosité piégée, qui doit être de la porosité de fissure.

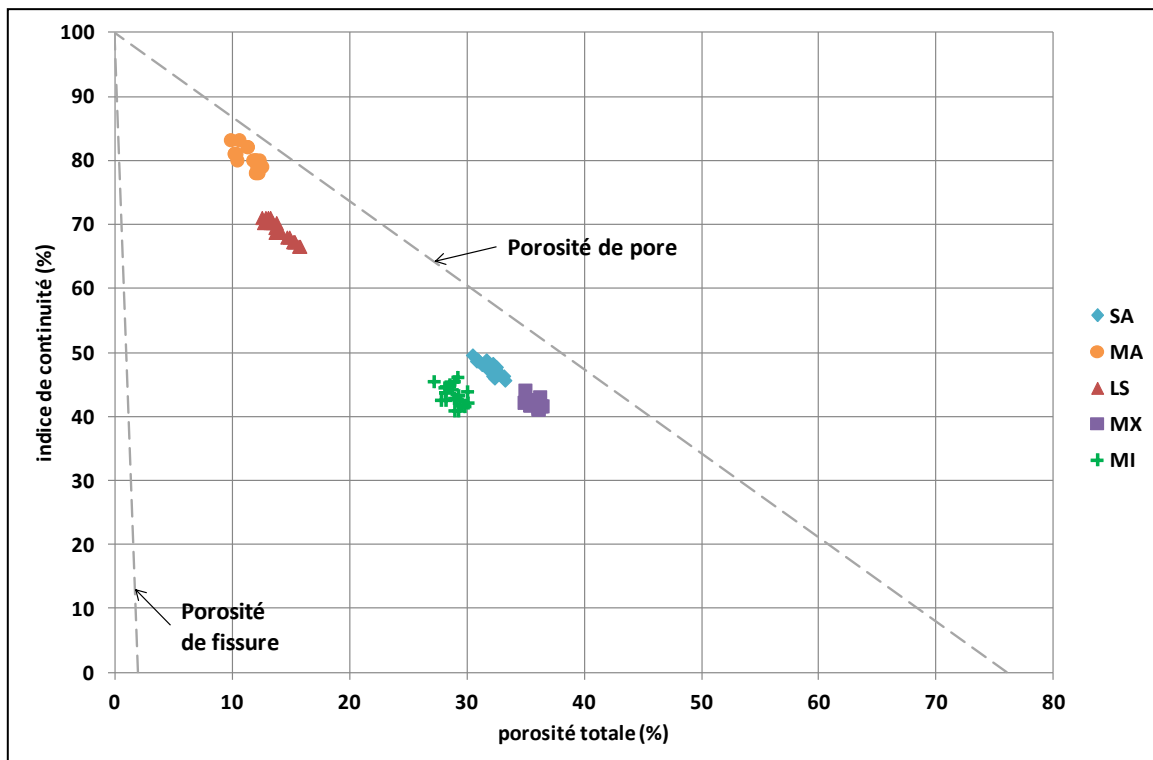


Figure 3-11 : Indice de continuité en fonction de la porosité totale des échantillons sains

## II. RESULTATS DES CARACTERISATIONS MECANQUES SUR LES PIERRES SAINES

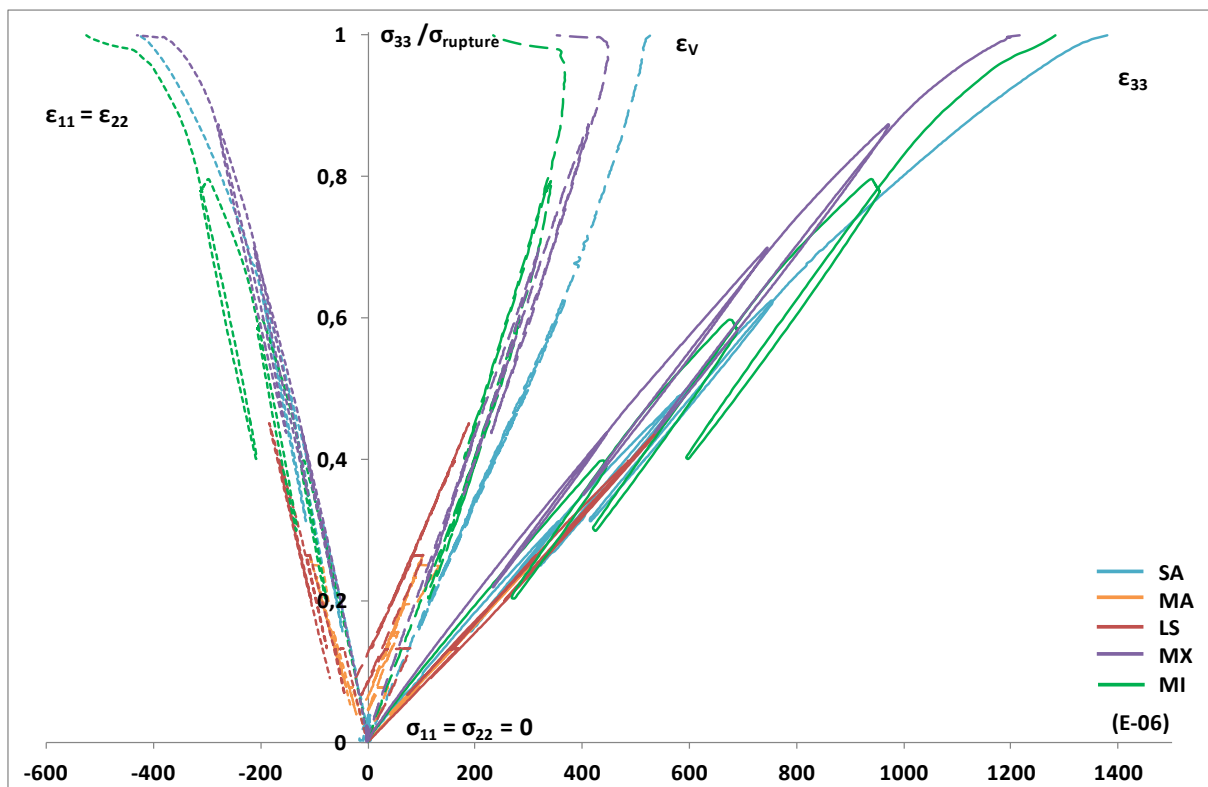
### II.1. Résultat de l'essai de compression uniaxial cyclique

L'essai de compression uniaxiale cyclique avec la mesure des déformations permet de déterminer le module d'Young statique, le coefficient de Poisson et la résistance à la compression selon le protocole établie dans le chapitre 2 (moyenne de trois échantillons, instrumentés avec quatre jauges de déformation). Les figures 3-12 et 3-13 présentent un exemple de courbe de contraintes-déformation normalisée des pierres saines à partir desquelles le module d'Young statique, le coefficient de Poisson et la résistance à la compression sont calculés. Le module d'Young et le coefficient de Poisson sont déterminés par analyse graphique des courbes de contrainte-déformation. L'ensemble des données obtenues sur trois échantillons par cet essai est regroupé dans le tableau 3-9.

Les courbes de contrainte-déformation de chaque de pierre sont les courbes typiques des pierres quasi-fragiles. Plusieurs étapes sont visibles sur ces courbes de contrainte-déformation et correspondent à la fermeture de fissures préexistantes (faible augmentation de la contrainte pour une déformation pouvant aller jusqu'à 0,2%) ; puis au comportement élastique linéaire ; suivi d'une allure élasto-plastique correspondant à l'amorçage et la croissance stable de fissure ; puis les dommages s'intensifient avec la croissance instable de fissures jusqu'à la rupture. (Eberhardt, 1999 ; Ludovico-Marquès, 2012)

Pour les pierres de Massangis et de Lens, la courbe de contrainte-déformation des essais cycliques (Figure 3-12) montrent seulement une pente linéaire mais la courbe jusqu'à la

rupture (Figure 3-13) de ces pierres donnent plus d'information. Pour la pierre de Massangis, la perte de linéarité pour les déformations axiale et latérale correspond à 85% de la contrainte de chargement ultime. Cette perte de linéarité correspond au comportement élasto-plastique avec l'ouverture des fissures. Pour la pierre de Lens, la perte de linéarité pour les déformations axiale et latérale correspond à plus de 95% de la contrainte. Pour la pierre de Migné (Figure 3-12), la perte de linéarité pour les déformations axiale et latérale correspond à 90% de la contrainte. Pour la pierre de Savonnières (Figure 3-12), la perte de linéarité correspond à 72% de la contrainte pour les déformations axiales et de 76% pour les déformations latérales. Cette différence de pourcentage pour la perte de linéarité entre les déformations axiale et latérale montre une anisotropie de la pierre. Et, ce pourcentage de perte de linéarité indique une microfissuration précoce pour la pierre de Savonnières par rapport aux autres pierres. Pour la pierre de Saint-Maximin (Figure 3-12), la perte de linéarité correspond à 90% de la contrainte au niveau des déformations axiales et de 88% de la contrainte pour les déformations latérales. Cela montre une anisotropie pour cette pierre.



**Figure 3-12 : Evolution de la contrainte relative en fonction des déformations transversale, volumique et axiale et cycles de chargement-déchargement utilisés pour les calculs du module d'Young statique et le coefficient de Poisson (avec  $\epsilon_{11}$  et  $\epsilon_{22}$ , les déformations latérales ;  $\epsilon_{33}$ , la déformation axiale et  $\epsilon_v$ , la déformation volumique ( $\epsilon_v = \epsilon_{33} + 2\epsilon_{11}$ ))**

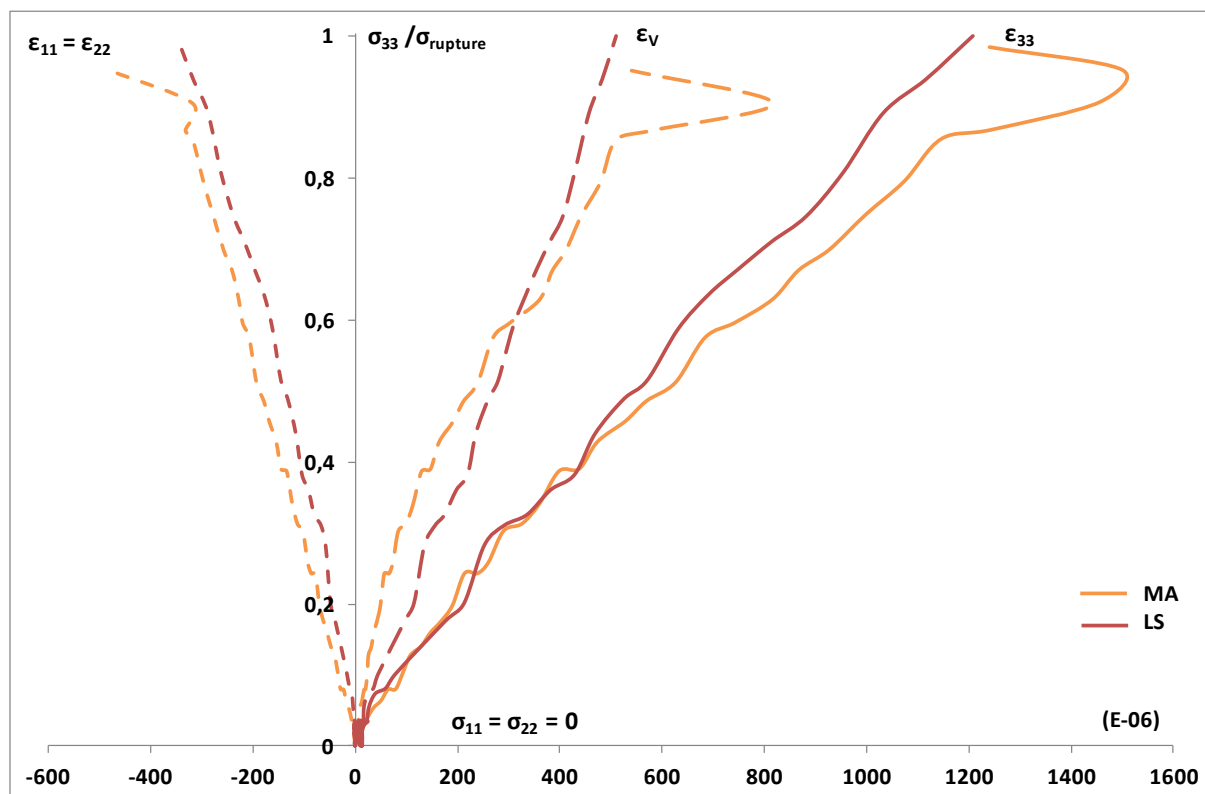


Figure 3-13 : Evolution de la contrainte relative jusqu'à la rupture en fonction des déformations transversale, volumique et axiale pour les pierres de Massangis et de Lens

Au vue de ces informations, deux groupes de pierre se distinguent, d'un coté les pierres de Massangis et de Lens et d'autre part, les pierres de Savonnières, de Migné et de Saint-Maximin avec une perte de linéarité plus précoce qui montre des microfissurations et des détériorations plus importantes.

La pierre de Massangis possède le module d'Young statique et la résistance en compression les plus élevés par rapport aux autres pierres avec respectivement 50,8 GPa et 67,5 MPa. De même que pour la pierre de Massangis, la pierre de Lens présente une module d'Young statique et une résistance relativement élevés, avec respectivement 33,4 GPa et 35,5 MPa . Les pierres de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin ont des valeurs de modules d'Young statiques et de résistance à la compression faibles, comprises entre 13,9 et 15,3 GPa et entre 9,7 et 14,5 MPa. Il y a une bonne concordance entre ces résultats et les modules calculés à partir des vitesses des ondes car ces deux tests sollicitent la structure de la pierre par une mise en compression. Le coefficient de Poisson est relativement proche pour toutes les pierres. Il correspond à la valeur usuelle pour les calcaires ( $\nu \approx 0,30$ ).



**Tableau 3-9 : Données obtenues par l'essai de compression cyclique**

Pierre		Module d'Young statique (GPa)	Coefficient de Poisson	Résistance à la compression (MPa)	Nombre d'échantillons testés
Nom usuel	Code				
Massangis	MA	<b>50,8 ± 1,2</b>	<b>0,29 ± 0,02</b>	<b>67,5 ± 4,8</b>	3
Lens	LS	<b>33,4 ± 2,2</b>	<b>0,28 ± 0,02</b>	<b>35,5 ± 2,1</b>	3
Migné	MI	<b>13,7 ± 0,8</b>	<b>0,27 ± 0,02</b>	<b>14,1 ± 1,0</b>	3
Savonnières	SA	<b>15,3 ± 1,3</b>	<b>0,26 ± 0,05</b>	<b>14,5 ± 3,6</b>	3
Saint-Maximin	MX	<b>13,9 ± 0,6</b>	<b>0,28 ± 0,03</b>	<b>9,7 ± 1,1</b>	3

## II.2. Détermination du module d'Young dynamique et comparaison avec le module d'Young statique

Les modules d'Young dynamiques sont calculés à partir de la vitesse des ondes P en utilisant le coefficient de Poisson déterminé lors de l'essai de compression uniaxiale cyclique (Tableau 3-10).

**Tableau 3-10 : Module d'Young dynamique pour les pierres saines**

Pierre		Module d'Young dynamique (GPa)		Nombre d'échantillons testés
Nom usuel	Code	Etat sec	Etat saturé à 48h	
Massangis	MA	<b>53,2 ± 2,6</b>	<b>53,8 ± 1,4</b>	40
Lens	LS	<b>32,8 ± 1,4</b>	<b>33,0 ± 0,9</b>	40
Migné	MI	<b>12,0 ± 0,8</b>	<b>11,1 ± 1,1</b>	40
Savonnières	SA	<b>15,7 ± 1,1</b>	<b>16,3 ± 0,6</b>	40
Saint-Maximin	MX	<b>11,8 ± 1,1</b>	<b>11,5 ± 1,3</b>	40

Les différentes pierres peuvent se classer en deux groupes selon la valeur de leur module d'Young : les pierres de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin déformables et les pierres de Massangis et de Lens plus rigides.

La figure 3-14 présente le module d'Young dynamique en fonction du module d'Young statique à l'état sain pour les cinq pierres calcaires. De façon général, le module d'Young statique est inférieur au module d'Young dynamique (Guéguen, 1992 ; Christaras, 1994) car les fissures peuvent être refermées pendant la compression. Cette tendance n'est observée que pour les pierres de Massangis et de Savonnières. Pour les pierres de Lens, de Migné et de Saint-Maximin, le module statique est supérieur au module d'Young dynamique. Cela peut être révélateur d'un type de porosité particulier : la porosité de fissure.

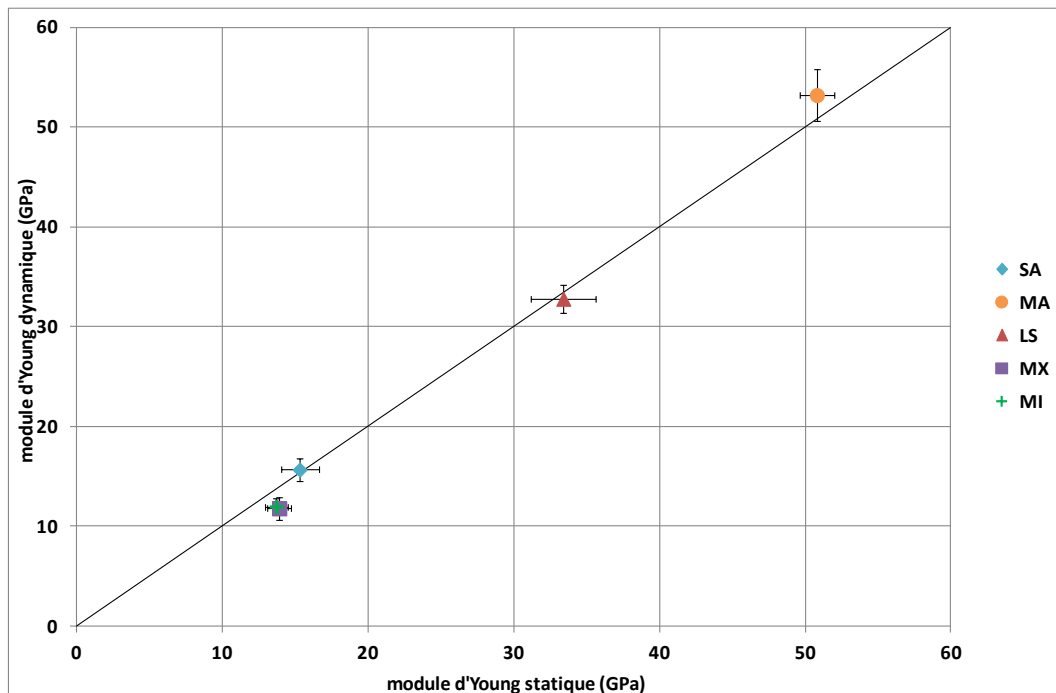


Figure 3-14 : Comparaison des modules d'Young dynamique et statique à l'état sain

### II.3. Résultat de l'essai de flexion semi-circulaire

Les pierres sont des matériaux fragiles, par conséquent la ténacité à la rupture  $K_{IC}$  sous le mode de chargement I est une propriété importante pour l'étude de la fissuration des pierres. Les essais de flexion semi-circulaire (Tutluoglu, 2011) sont réalisés selon le protocole expérimental décrit dans le chapitre 2. Les essais sont réalisés avec deux longueurs d'entaille,  $a/t = 0,2$  et  $a/t = 0,4$  ( $a$  est la longueur de l'entaille et  $t$  l'épaisseur de l'échantillon, ici  $t = 2$  cm) sur quatre échantillons pour chaque longueur d'entaille. La longueur de l'entaille doit influencer la cinétique de fissuration, la longueur d'entaille la plus petite ( $a/t = 0,2$ ) doit provoquer une propagation de la fissure brutale alors que la longueur d'entaille plus grande ( $a/t = 0,4$ ) doit provoquer une propagation progressive de la fissure (Tiennot, 2012). Le chemin de fissuration est vérifié après chaque essai (Figure 3-15), les échantillons ne présentant pas le mode I de fissuration sont écartés.

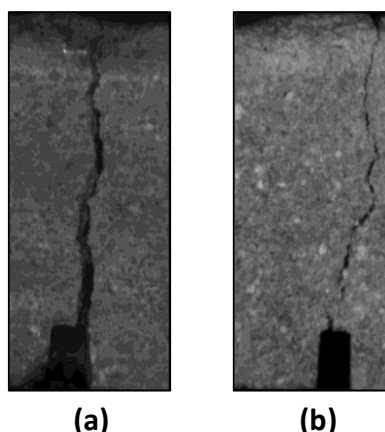


Figure 3-15 : Exemple de chemin de fissuration pour les pierres de (a) de Massangis (b) de Saint-Maximin

Les résultats obtenus pour deux longueurs d'entaille différentes sont regroupés dans le tableau 3-11.

**Tableau 3-11 : Ténacité pour les pierres saines pour deux longueurs d'entaille**  
(a est la longueur de l'entaille et t l'épaisseur de l'échantillon)

Pierre		$K_{IC}$ (en MPa. $\sqrt{m}$ )		Nombre d'échantillons testés par longueur d'entaille
Nom usuel	Code	$a/t = 0,2$	$a/t = 0,4$	
Massangis	MA	<b><math>0,59 \pm 0,12</math></b>	<b><math>0,56 \pm 0,04</math></b>	4
Lens	LS	<b><math>0,41 \pm 0,18</math></b>	<b><math>0,32 \pm 0,01</math></b>	4
Migné	MI	<b><math>0,11 \pm 0,02</math></b>	-	4
Savonnières	SA	<b><math>0,17 \pm 0,03</math></b>	<b><math>0,15 \pm 0,03</math></b>	4
Saint-Maximin	MX	<b><math>0,17 \pm 0,04</math></b>	<b><math>0,16 \pm 0,04</math></b>	4

Pour les deux longueurs de pré-entaille, la ténacité n'est pas la même, elle est toujours sous-estimée pour la longueur de pré-entaille correspondant à  $a/t = 0,4$  (Tiennot, 2012). Les deux cinétiques de fissuration attendues pour les deux longueurs d'entaille ne sont pas observées. Mais quel que soit la longueur de l'entaille, les ténacités des pierres suivent la même tendance, malgré des écart-types importants. Les pierres de Massangis et de Lens présentent les ténacités les plus élevées, elles sont donc plus à même de résister à l'amorçage et la propagation de fissure que les pierres de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin.

La figure 3-16 présente l'évolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture d'entaille pour un défaut préexistant correspondant à  $a/t = 0,2$ . Cette représentation graphique permet de rendre compte des différences de comportement des pierres. Les pentes observées sur les courbes donnent un coefficient de « raideur » dépendant uniquement de la pierre et non des conditions expérimentales de l'essai. La

pierre de Massangis présente le coefficient le plus important, suivi des pierres de Lens, de Savonnières, de Saint-Maximin et de Migné. Il apparaît donc la pierre de Massangis est la plus résistance à la fissuration et la pierre de Migné la pierre la plus fragile même si ce n'est pas la pierre la plus poreuse et qu'elle a des valeurs de module d'Young et de résistance à la compression comparables à la pierre de Savonnière et supérieures à celle de la pierre de Saint-Maximin.

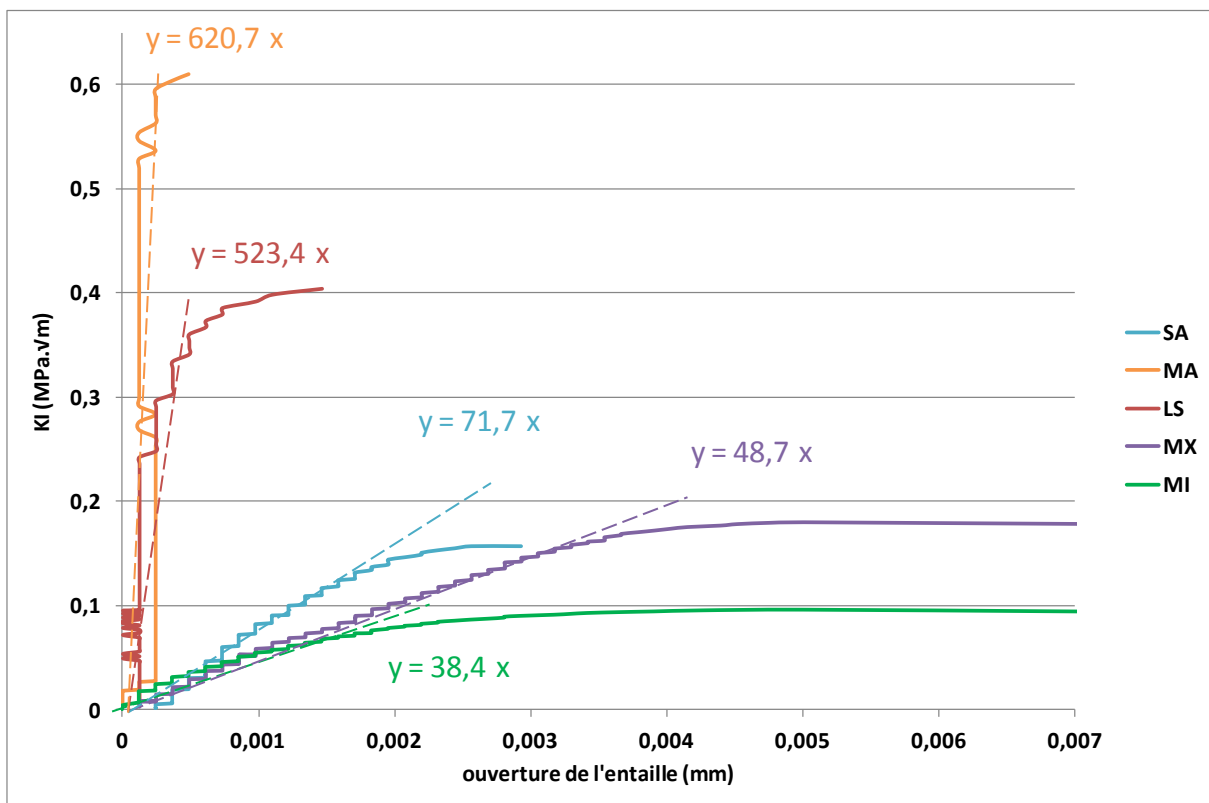


Figure 3-16 : Evolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture de l'entaille pour des échantillons de  $a/t = 0,2$

### III. APPROCHE COMPORTEMENTALE : RELATION ENTRE LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES HYDRAULIQUES ET MECANIQUES DES PIERRES SAINES

La composition minéralogique de ces cinq pierres est sensiblement identique mais la taille et la forme des grains constitutifs ainsi que leurs agencements sont relativement différents menant à une microstructure unique pour chacune des cinq pierres étudiées. La microstructure confère à la pierre ses propriétés de transfert de fluides et ses performances mécaniques. L'ensemble de ces propriétés est présenté dans le Tableau 3-12.

**Tableau 3-12 : Principales propriétés physiques et mécaniques des pierres calcaires à l'état sain**

Pierre	Nom usuel	Massangis	Lens	Migné	Savonnières		Saint-Maximin
	Code	MA	LS	MI	SA		MX
Porosité totale (%)		<b>10,7 ± 1,2</b>	<b>14,3 ± 0,9</b>	<b>28,8 ± 0,8</b>	<b>31,5 ± 1,7</b>		<b>35,4 ± 1,8</b>
Porosité à 48h (%)		<b>4,4 ± 0,8</b>	<b>12,7 ± 0,9</b>	<b>27,5 ± 0,7</b>	<b>18,6 ± 0,8</b>		<b>28,2 ± 1,6</b>
Coefficient de saturation (%)		<b>40,8 ± 3,4</b>	<b>89,4 ± 3,9</b>	<b>95,3 ± 1,3</b>	<b>59,1 ± 4,1</b>	<b>73,2 ± 5,2</b>	<b>80,8 ± 3,2</b>
% de pores < 0,1 µm		<b>12,5</b>	<b>2,4</b>	<b>1,6</b>	<b>3,4</b>		<b>4,3</b>
% de pores < 0,1 et > 5 µm		<b>61,2</b>	<b>96,0</b>	<b>92,2</b>	<b>70,2</b>		<b>37,7</b>
% de pores > 5 µm		<b>26,3</b>	<b>1,6</b>	<b>6,2</b>	<b>26,4</b>		<b>58,0</b>
Perméabilité (m <sup>2</sup> )		<b>2,43.10<sup>-18</sup></b>	<b>4,34.10<sup>-16</sup></b>	<b>1,36.10<sup>-14</sup></b>	<b>6,37.10<sup>-13</sup></b>		<b>6,44.10<sup>-12</sup></b>
Vitesse des ondes P à l'état saturé (m.s <sup>-1</sup> )		<b>5342,0 ± 169,6</b>	<b>4236,2 ± 99,6</b>	<b>2560,9 ± 129,7</b>	<b>3141,0 ± 88,7</b>		<b>2672,0 ± 183,3</b>
Vitesse des ondes P à l'état sec (m.s <sup>-1</sup> )		<b>5112,4 ± 119,9</b>	<b>4206,2 ± 187,8</b>	<b>2744,2 ± 95,5</b>	<b>2978,6 ± 98,6</b>		<b>2776,7 ± 149,6</b>
Module d'Young dynamique (GPa)		<b>53,2 ± 2,6</b>	<b>32,8 ± 1,4</b>	<b>12,0 ± 0,8</b>	<b>15,7 ± 1,1</b>		<b>11,8 ± 1,1</b>
Module d'Young statique (GPa)		<b>50,8 ± 1,2</b>	<b>33,4 ± 2,2</b>	<b>13,7 ± 0,8</b>	<b>15,3 ± 1,3</b>		<b>13,9 ± 0,6</b>
Résistance à la compression (MPa)		<b>67,5 ± 4,8</b>	<b>35,5 ± 2,1</b>	<b>14,1 ± 1,0</b>	<b>14,5 ± 3,6</b>		<b>9,7 ± 1,1</b>
Ténacité (MPa.√m) (pour a/t = 0,2)		<b>0,59 ± 0,12</b>	<b>0,41 ± 0,18</b>	<b>0,11 ± 0,02</b>	<b>0,17 ± 0,03</b>		<b>0,17 ± 0,04</b>

### III.1. Relation entre la microstructure et les propriétés de transport

La figure 3-17 présente l'influence de la porosité totale et à 48 heures sur les propriétés de transport : la perméabilité et la capillarité. Que soit pour la perméabilité ou la capillarité, plus la porosité augmente, plus la propriété de transfert augmente. Plus la porosité totale augmente plus la perméabilité augmente. Par contre, plus la porosité à 48 heures augmente, plus le coefficient de capillarité augmente.

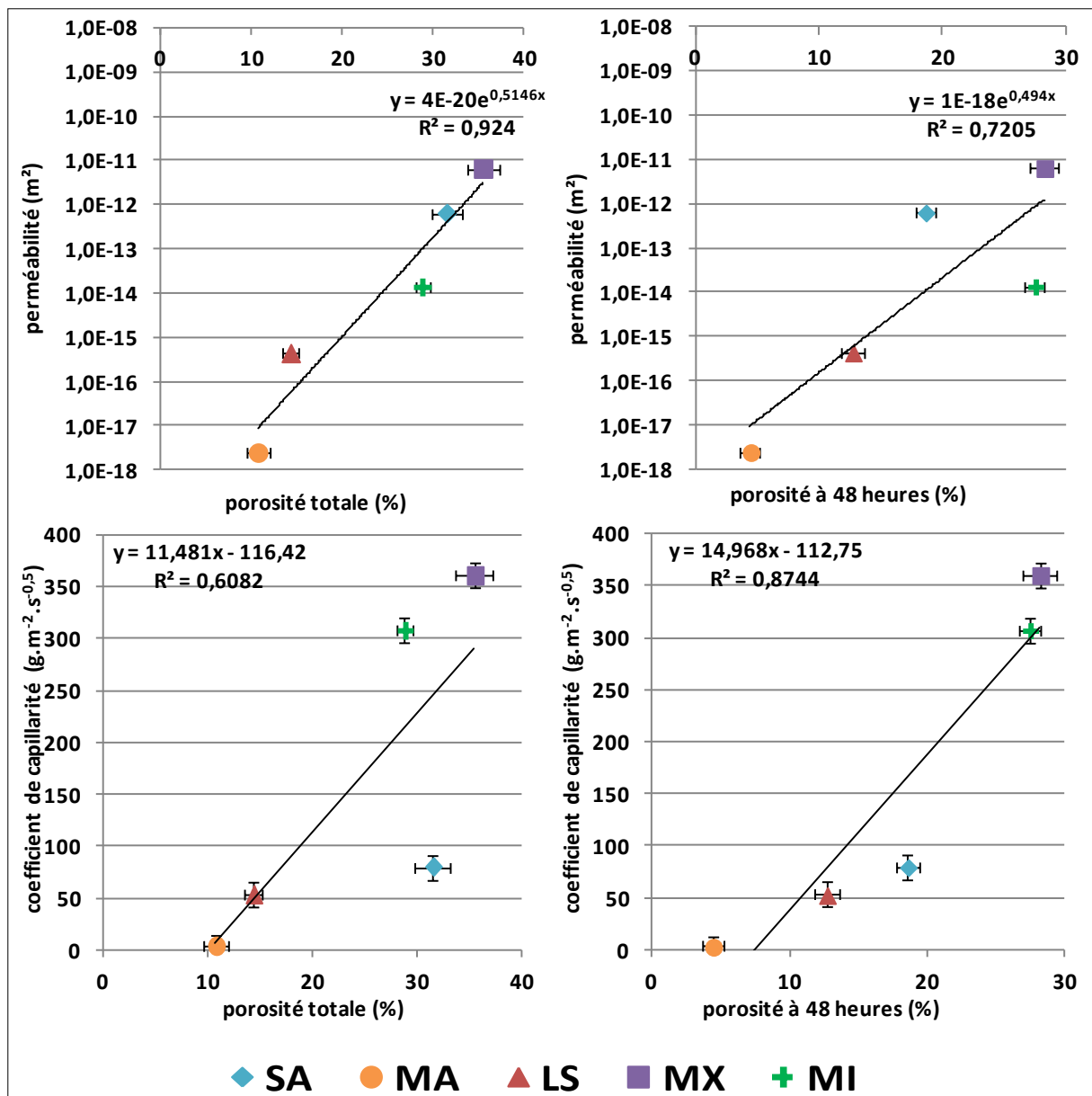


Figure 3-17 : Corrélation entre la porosité totale, la porosité à 48 heures et la perméabilité, le coefficient de capillarité pour les pierres saines

La pierre de Massangis présente un réseau poreux hétérogène, l'arrangement granulaire est irrégulier mais dense avec des grains bien cimentés rendant la structure rigide. Les lacunes créatrices de porosité sont peu nombreuses mais de tailles variées. Cette microstructure confère au matériau une faible porosité totale ( $10,7 \pm 1,2$  %) et une porosité piégée

importante, ce qui implique un coefficient de saturation relativement bas ( $40,8 \pm 3,4 \%$ ). Les propriétés de transfert de fluide de la pierre de Massangis sont donc médiocres, l'imbibition capillaire est très difficile ( $3,32 \text{ g.m}^{-2}.\text{s}^{-0,5}$ ) et le matériau est très peu perméable ( $2,43.10^{-18} \text{ m}^2$ ), limitant la circulation des fluides au sein du matériau.

La pierre de Lens présente un réseau poreux bimodal, avec deux familles de pores capillaires très proches, l'agencement des grains est régulier et plus ou moins dense en fonction des zones. La présence de vides entre les grains et la matrice de la pierre crée des zones de faiblesse lors de sollicitations mécaniques et représente de la porosité de fissure. La porosité totale de cette pierre est relativement faible ( $14,3 \pm 0,9 \%$ ) et il n'y a quasiment pas de porosité piégée, les pores sont donc bien connectés entre eux, ce qui amène à un coefficient de saturation très élevé ( $89,4 \pm 3,9 \%$ ). Cependant, l'imbibition capillaire n'est pas si importante ( $53,05 \text{ g.m}^{-2}.\text{s}^{-0,5}$ ) et la perméabilité est assez faible ( $4,34.10^{-16} \text{ m}^2$ ), limitant aussi la circulation des fluides.

La pierre de Migné présente un réseau poreux unimodal avec une famille de pores capillaire. L'arrangement granulaire est homogène et peu dense. La porosité se situe dans la matrice de la pierre. La porosité totale est importante ( $28,8 \pm 0,8 \%$ ) et sa porosité piégée est très faible, le coefficient de saturation de cette pierre est donc très élevé ( $95,3 \pm 1,3 \%$ ). La taille des pores et leurs morphologies (présence de porosité de fissure) et leurs interconnexions confèrent à la pierre un coefficient de capillarité élevé ( $307,75 \text{ g.m}^{-2}.\text{s}^{-0,5}$ ) et une perméabilité relativement élevée ( $1,36.10^{-14} \text{ m}^2$ ), favorisant la circulation des fluides au sein du matériau.

La pierre de Savonnières présente un réseau bimodal avec deux familles de pores bien distincts avec des pores capillaires et des macropores. L'agencement des grains est hétérogène et peu dense. Les lacunes dans le ciment génèrent des zones de faiblesse, limitant la rigidité de la pierre. Les oolithes creuses présentes dans la microstructure représentent de la porosité piégées, qui en cas d'eau, peut servir de réservoir. La porosité totale de cette pierre est importante ( $31,5 \pm 1,7 \%$ ) mais la part de porosité piégée est aussi importante, c'est pour cette raison que le coefficient de saturation est relativement faible dans le cas de la saturation naturelle en 48 heures (SA- :  $59,1 \pm 4,1 \%$ ). Par contre lorsque la saturation est maintenue plus longtemps, le coefficient de saturation est plus élevée (SA+ :  $73,2 \pm 5,2 \%$ ). L'imbibition capillaire n'est pas si importante ( $79,92 \text{ g.m}^{-2}.\text{s}^{-0,5}$ ), les deux familles de pore sont mal connectées. Par contre, la perméabilité est relativement élevée ( $6,37.10^{-13} \text{ m}^2$ ), favorisant la circulation des fluides, ce qui permet le remplissage des oolithes creuses.

La pierre de Saint-Maximin présente un réseau bimodal avec deux familles de pores bien distincts avec des pores capillaires et des macropores. L'arrangement granulaire est irrégulier et peu dense. Les lacunes, créatrices de porosité, se situent dans le ciment, limitant la rigidité de la pierre. La porosité totale est importante ( $35,5 \pm 1,8 \%$ ) et sa porosité piégée faible, cela confère à la pierre un coefficient de saturation élevée ( $80,8 \pm 0,3 \%$ ). L'imbibition capillaire est très importante ( $360,82 \text{ g.m}^{-2}.\text{s}^{-0,5}$ ), malgré une proportion de pore capillaire plus faible que celle des macropores, les deux familles de pores sont donc bien connectées. La perméabilité de cette pierre est élevée ( $6,44.10^{-12} \text{ m}^2$ ), ce qui favorise la circulation des fluides.

### III.2. Relation entre la microstructure et les performances mécaniques

Les calcaires sont des matériaux granulaires cimentés et peuvent être assimilés à des matériaux polyphasiques constitués d'un assemblage dense de grains (oolithes, miliolles,...) d'une matrice solide remplissant plus ou moins l'espace poral (ciment) et de pore qui peuvent être présents dans le ciment ou les grains. Le comportement mécanique de ces matériaux est dicté principalement par le comportement volumique des différentes phases et par la présence de pores. La nature des interfaces, grain/grain ou grain/ciment et leur nombre influe aussi sur le comportement à la rupture de ces matériaux.

Les conséquences de la microstructure hétérogène mais dense de la pierre de Massangis sont une très forte résistance mécanique ( $67,5 \pm 4,8$  MPa) et une résistance à la fissuration élevée ( $0,59 \pm 0,12$  MPa. $\sqrt{m}$ ) car les éléments constitutifs sont « soudés » entre eux.

Pour la pierre de Lens, la résistance mécanique et la ténacité sont moyennes, respectivement  $35,5 \pm 2,1$  MPa et  $0,41 \pm 0,18$  MPa. $\sqrt{m}$ .

Pour la pierre de Migné, la faible densité de grains constitutifs, même s'ils sont bien cimentés, et la présence de litage rendent le matériau déformable et lui confère une résistance mécanique ( $14,1 \pm 1,0$  MPa) et une résistance à l'amorçage et à la propagation de fissure ( $0,11 \pm 0,02$  MPa. $\sqrt{m}$ ) faibles.

Pour la pierre de Savonnières, sa microstructure, ainsi que la présence de litage lui confèrent une résistance mécanique ( $14,5 \pm 3,6$  MPa) et une résistance à la fissuration ( $0,17 \pm 0,03$  MPa. $\sqrt{m}$ ) relativement faibles.

Pour la pierre de Saint-Maximin, la présence de litage, créant des zones de faiblesse et sa microstructure donnent à cette pierre, une résistance mécanique ( $9,7 \pm 1,1$  MPa) et une résistance à l'amorçage et la propagation des fissures ( $0,17 \pm 0,04$  MPa. $\sqrt{m}$ ) faibles.

L'influence de la porosité des différents calcaires sur leur propriété élastique (module d'Young) et leur comportement à la rupture (résistance en compression et ténacité) est illustrée par la figure 3-18.

L'influence de la taille des pores sur le comportement élastique et le comportement à la rupture peut être aussi vérifiée. Mais au vue des données, il semble que la taille des pores n'a pas d'influence sur les performances mécaniques. Pour les pierres de Migné et de Saint-Maximin, leurs porosités à 48 heures sont similaires mais la taille des pores est différentes :  $d_{50} = 0,8 \mu m$  pour la pierre de Migné et  $d_{50} = 16,1 \mu m$  pour la pierre de Saint-Maximin. Cependant ces pierres ont une résistance à la compression et une ténacité comparables.



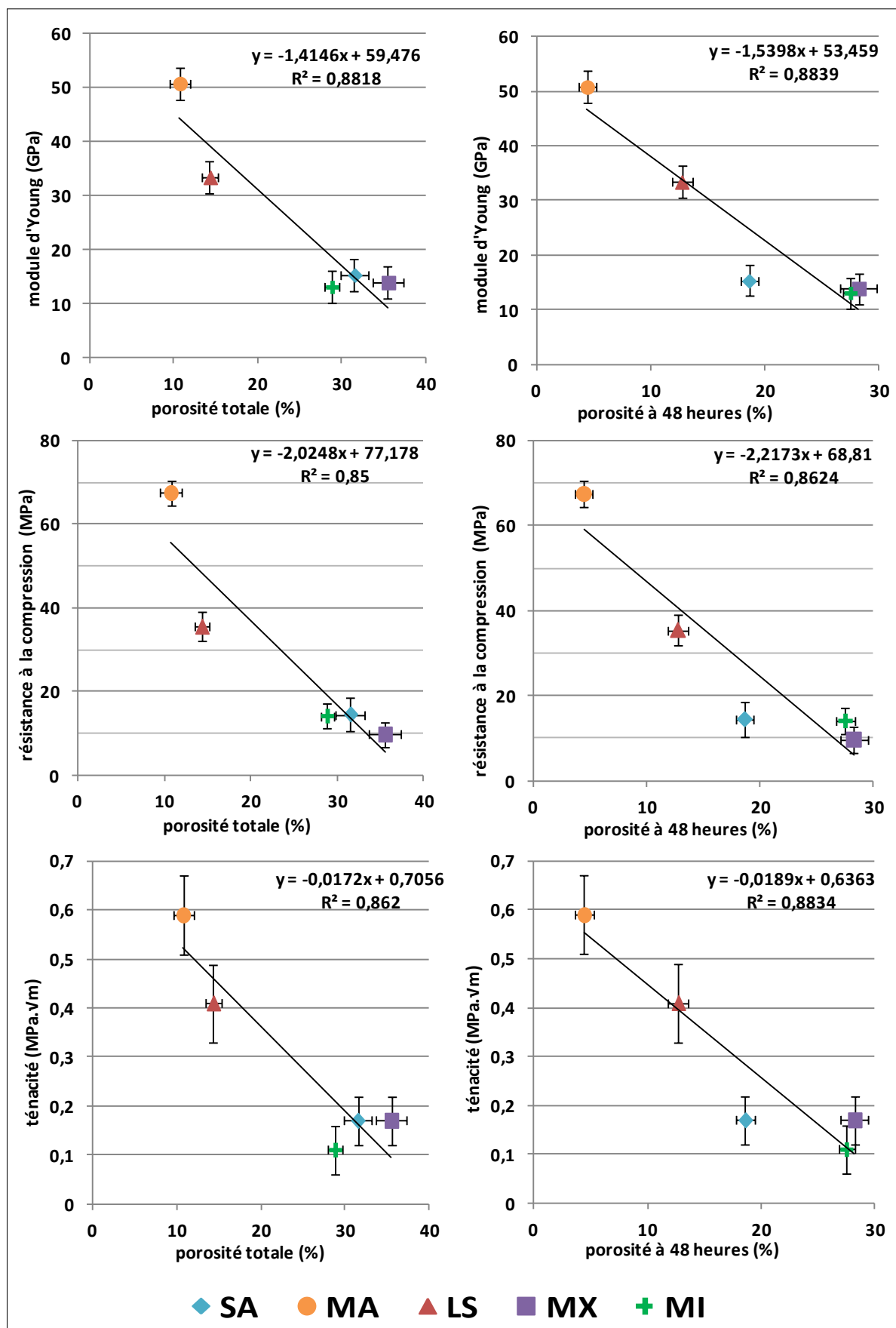


Figure 3-18 : Corrélation entre la porosité totale, la porosité à 48 heures et le module d'Young statique, la résistance mécanique, la ténacité pour les pierres saines

La comparaison entre les différentes porosités et le module d'Young, la résistance à la compression et la ténacité montre bien une bonne corrélation entre ces propriétés pour les cinq pierres. La porosité a donc une influence directe sur le comportement élastique et les propriétés mécaniques à la rupture. Plus la porosité augmente, plus le module d'Young, la résistance à la compression et la ténacité diminuent. La corrélation entre ces propriétés mécaniques et la porosité à 48 heures est meilleure qu'avec la porosité totale ; les coefficients de détermination  $R^2$  des courbes de tendance des graphiques en fonction de la porosité à 48 heures sont toujours supérieurs à ceux des graphiques en fonction de la porosité totale. Cependant, le module d'Young et la résistance à la compression présentent des coefficients de détermination  $R^2$  proches, ces propriétés semblent donc influencer par le volume de vide mais pas par le type de porosité. Outre la porosité, la distribution spatiale des pores influence la résistance à la rupture en modifiant les transferts de charge et les chemins de fissuration. Ainsi, la porosité interconnectée semble avoir une incidence plus importante que la porosité totale sur la ténacité. Un réseau poreux plus continu pourrait donc favoriser la déformabilité et la propagation des fissures.

Pour la pierre de Savonnières, au vue de sa porosité à 48 heures, les valeurs de résistance à la compression et de ténacité sont plus faibles que celles attendues. Cet écart avec la tendance et la microfissuration précoce (Figure 3-12) sont probablement dus la présence de grains poreux, les oolithes creuses, qui sont moins résistants que les grains des autres pierres.

Les pierres de Migné et de Saint-Maximin ont un module d'Young proche mais la pierre de Saint-Maximin présente une résistance mécanique plus faible de 25% par rapport à celle de la pierre de Migné, par contre pour la ténacité, c'est la pierre de Migné qui a une valeur plus faible que la pierre de Saint-Maximin. Ces différences de comportement à la rupture entre deux pierres au module semblables peuvent être expliquées par la taille des grains de la pierre de Migné légèrement plus faible (130  $\mu\text{m}$ ) que pour la pierre de Saint-Maximin (150  $\mu\text{m}$ ) et une faible densité de grain, donc un volume de ciment entre les grains plus important pour la pierre de Migné, permettant une concentration de contrainte dans le ciment plus importante et donc un chemin préférentiel de fissuration.

#### IV. CONCLUSION

Les caractérisations de la microstructure et du comportement mécanique montrent une grande diversité entre ces cinq pierres. Les observations microscopique permettent de retrouver la composition minéralogiques des pierres, ce sont des calcaires oolithiques, soit avec de la micrite soit avec de la microsparite, dans certains cas il y a la présence de fragments bioclastiques, de pellets, de quartz... Ces cinq pierres calcaires présentent une large gamme de porosité totale de 10,7% à 35,4%, et de porosité à 48 heures allant de 4,4% jusqu'à 28,2%. Les coefficients de saturation varient de 40,8% à 95,3%. La porosimétrie au mercure a permis de déterminer les différents types de réseaux poreux : deux réseaux bimodaux, deux réseaux unimodaux et un réseau hétérogène, ainsi que la distribution en taille des pores ( $0,7 < d_{50} < 16,1 \mu\text{m}$ ). La perméabilité de ces pierres varie de  $2,43.10^{-18}$  jusqu'à  $6,44.10^{-12} \text{ m}^2$ . La vitesse des ondes P est mesurée à différent état de saturation et dans différentes directions, cela met en évidence l'anisotropie de trois des cinq pierres calcaires. Les essais mécaniques donnent les modules d'élasticités statiques compris entre

13,7 et 50,8 GPa. La résistance à la compression de ces pierres calcaires varie entre 9,7 et 67,5 MPa. Le facteur d'intensité des contraintes ou ténacité  $K_{IC}$ , permet d'évaluer la résistance de la pierre à l'amorçage et à la propagation des fissures. La ténacité varie entre 0,11 et 0,59 MPa. $\sqrt{m}$ .

Au vue de la caractérisation des différents types de pierres calcaires, il en ressort trois catégories de pierre :

- pierre de forte résistance : la pierre de Massangis ;
- pierre de résistance intermédiaire : la pierre de Lens ;
- pierre de faible résistance : les pierres de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin.

Ces cinq pierres calcaires doivent présenter des comportements vis-à-vis d'une altération par des cycles de gel-dégel différents. En fonction de leurs propriétés physique et mécanique, les pierres calcaires peuvent être plus ou moins sensibles aux altérations.

## **CHAPITRE 4. PROPRIETES DES PIERRES ALTEREES PAR LES CYCLES DE GEL-DEGEL**



Ce chapitre a pour but de présenter le comportement thermique des pierres calcaires sélectionnées pendant les cycles de gel-dégel, l'évolution relative de leurs différentes propriétés mécaniques et physiques, ainsi que l'évolution de la microstructure au cours de l'endommagement par les cycles de gel-dégel. L'annexe A complète ce chapitre avec la présentation des valeurs des différentes propriétés en fonction du nombre de cycles de gel-dégel. Enfin, une discussion sur les principaux paramètres influant sur le comportement hydromécanique et la fissuration au cours des cycles de gel-dégel est proposée à la fin du chapitre.

L'altération par les cycles de gel-dégel est réalisée en adaptant la norme NF EN 12371. Les phases de gel et de dégel s'effectuent à l'air dans une chambre froide. Chaque étape dure six heures. La température varie de 10°C à - 10°C et vice-versa à une vitesse de 4°C/h, suivie d'un palier où la température est maintenue constante pendant une heure à - 10°C et + 10°C (cf. **Chapitre 2 - IV.1.**). Les cycles de gel-dégel sont effectués sur des échantillons saturés dans les conditions naturelles en 48 heures et de longue durée (cf. **Chapitre 2 - IV.1.**). Au vu des différents résultats des coefficients de saturation (cf. **Chapitre 3 - I.2.1.**), l'étude des deux cas de saturation pour la pierre de Savonnières (SA+ pour la saturation longue durée et SA- pour la saturation à 48 heures) montre un intérêt particulier. Les coefficients de saturation sont de  $40,8 \pm 3,4$  % pour la pierre de Massangis, de  $89,4 \pm 3,9$  % pour la pierre de Lens, de  $95,3 \pm 1,3$  % pour la pierre de Migné, de  $59,1 \pm 4,1$  % pour la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-), de  $73,2 \pm 5,2$  % pour la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+) et de  $80,8 \pm 3,2$  % pour la pierre de Saint-Maximin.

Ces échantillons sont divisés en sept groupes. Chaque groupe subit un nombre de cycles de gel-dégel différent soit jusqu'à la rupture des échantillons soit jusqu'à 320 cycles de gel-dégel. Les pierres de Migné et de Saint-Maximin supportent 30 cycles de gel-dégel avec des paliers tous les 5 cycles. Les échantillons de la saturation naturelle de la pierre Savonnières (SA-) sont soumis à 150 cycles de gel-dégel et les échantillons de la saturation longue durée (SA+) supportent 60 cycles, avec pour les deux cas, des paliers tous les 10 cycles. Les pierres de Massangis et de Lens sont soumises à 320 cycles de gel-dégel avec des paliers tous les 50 cycles sauf pour le dernier palier qui est de 20 cycles.

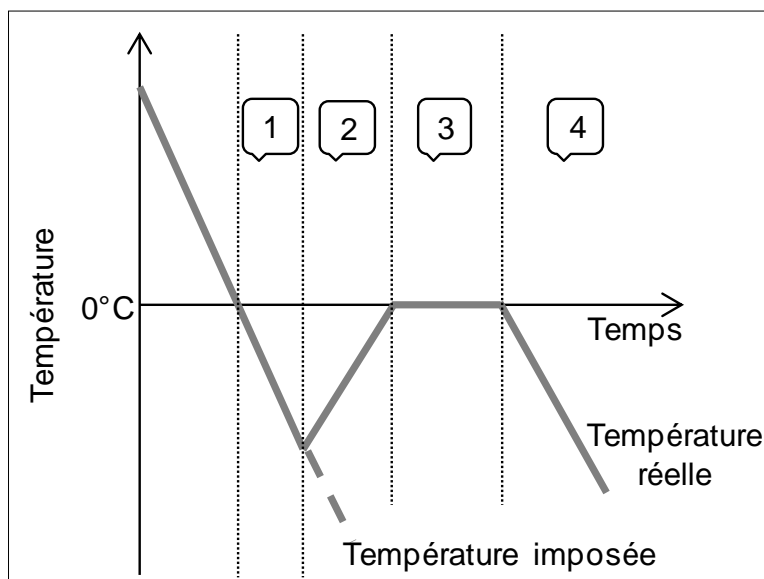
## **I. COMPORTEMENT THERMIQUE DES PIERRES PENDANT LES CYCLES DE GEL-DEGEL**

L'évolution du comportement thermique des pierres est menée grâce au suivi de la température au cœur et à la surface des échantillons et au suivi des déformations latérale, axiale et volumique pendant les cycles de gel-dégel. Pour le suivi de la température, un échantillon de chaque pierre est instrumenté avec deux thermocouples ; un thermocouple est fixé à la surface et le second est placé au centre de l'échantillon. Le suivi des déformations est réalisé grâce à quatre jauges de déformations, deux en positions latérales et deux en positions axiales.

### **I.1. Suivi de la température pendant les cycles de gel-dégel**

Le comportement thermique des pierres est schématisé sur la figure 4-1. Lorsque la température s'abaisse en dessous de 0°C, l'eau contenue dans la pierre reste liquide, il

s'agit de la surfusion (phase 1). A la fin de la surfusion, la transformation d'eau en glace démarre. Comme il s'agit d'une réaction exothermique, la température remonte et tend vers 0°C (phase 2). A ce stade, la température de la pierre reflète l'équilibre entre l'apport de chaleur dû à la formation de la glace et la perte de chaleur dans l'environnement (phase 3). Cette température reste stable tant que toute l'eau susceptible de geler n'est pas transformée en glace. Pendant cette étape, l'eau non gelée peut migrer vers le front de glace. Une fois l'eau transformée en glace, le dégagement de chaleur s'arrête et la température au sein de la pierre peut s'abaisser à nouveau (phase 4).



**Figure 4-1 : Température de l'eau pendant une phase de gel (d'après Thomachot, 2002)**  
**(1) Domaine de surfusion ; (2) Réaction exothermique ; (3) Equilibre thermique ; (4) Abaissement de la température du système**

Les cinq pierres calcaires présentent ce comportement thermique pendant les phases de gel (Figure 4-2). Ce comportement est similaire pour les cinq pierres, mais il existe des différences au niveau de la température de fin de surfusion (Figure 4-1, fin de la phase 1), de la température à la fin de la transformation d'eau en glace (Figure 4-1, début de la phase 4), et de la durée de la congélation de l'eau (Figure 4-1, phases 2 et 3). Ces différences de comportement sont dues à la morphologie du réseau poreux et à la teneur en eau des échantillons. Plus la teneur en eau est élevée, plus la durée du gel s'allonge. Il est important de noter que le comportement thermique de chaque pierre n'est pas modifié au cours des cycles de gel-dégel.

Pour les pierres de Massangis et de Lens, la température de fin de la surfusion est respectivement de  $-5^{\circ}\text{C}$  et de  $-8^{\circ}\text{C}$  et remonte jusqu'à respectivement  $-1^{\circ}\text{C}$  et  $-6^{\circ}\text{C}$  (Figure 4-1, phase 2). La transformation de l'eau en glace (Figure 4-1, phases 2 et 3) dure 12 minutes pour la pierre de Massangis et 3 minutes pour la pierre de Lens. Pour ces deux pierres, il n'y a pas de gradient thermique entre la température au centre de l'échantillon et sa surface.

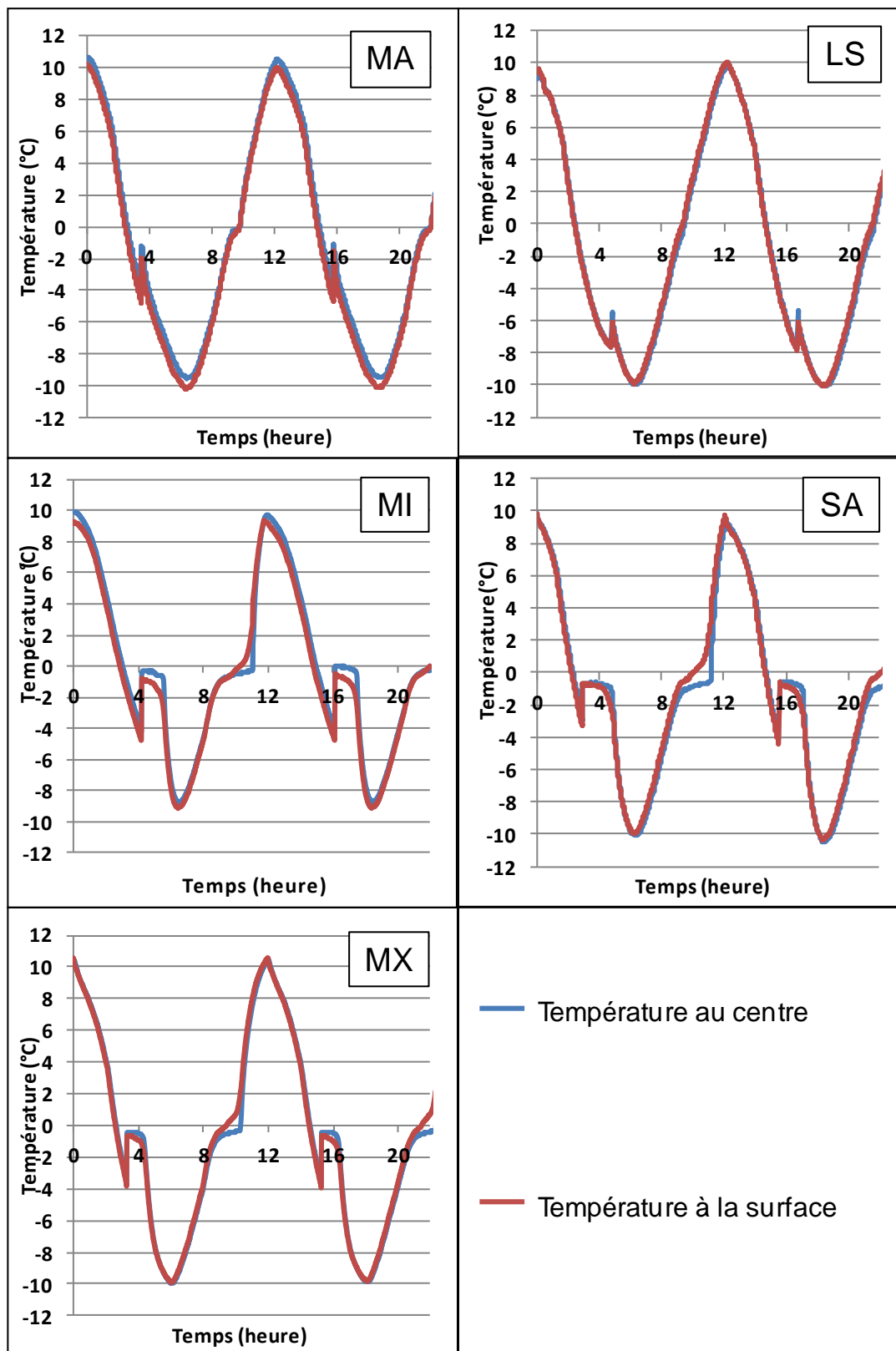


Figure 4-2 : Courbes de température au centre et à la surface des pierres pendant deux cycles de gel-dégel

Pour la pierre de Savonnières, les échantillons de la saturation naturelle (SA-) et de la saturation longue durée (SA+) présentent un comportement thermique semblable. Pour les



pierres de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin, la température du début de la transformation d'eau en glace est de respectivement  $-5^{\circ}\text{C}$ ,  $-3,3^{\circ}\text{C}$  et  $-4^{\circ}\text{C}$  et remonte jusqu'à respectivement  $-0,8^{\circ}\text{C}$ ,  $-0,7^{\circ}\text{C}$  et  $-0,4^{\circ}\text{C}$  (Figure 4-1, phase 2). La durée de la transformation de l'eau en glace (Figure 4-1, phases 2 et 3) est de 1 heure et 24 minutes pour la pierre de Migné, de 2 heures pour la pierre de Savonnières et de 1 heures et 12 minutes pour la pierre de Saint-Maximin. Pour ces pierres, un léger gradient thermique est observé entre la température de surface et la température au cœur de l'échantillon. Ce gradient thermique est probablement dû à la forte teneur en eau de ces pierres. Cela provoque une enthalpie et une chaleur massique plus importante, qui mène à une diminution plus lente de la température au centre de l'échantillon. De plus, le gradient thermique mène à des différences de contraintes au sein de l'échantillon, qui peuvent favoriser l'endommagement.

## I.2. Suivi des déformations pendant les cycles de gel-dégel

Les figures 4-3 à 4-7 présentent les déformations axiale, latérale et volumique ainsi que la température en fonction du temps au cours du premier cycle de gel-dégel, puis au cours de quelques cycles pendant l'endommagement.

Les pierres de Massangis (Figure 4-3) et de Lens (Figure 4-4) présentent un comportement similaire au niveau des déformations pendant les cycles de gel-dégel. Les courbes de déformation révèlent deux phases : une phase de contraction pendant le gel (Figures 4-3 (a) et 4-4 (a), zone A) et une phase de dilatation pendant le dégel (Figures 4-3 (a) et 4-4 (a), zone B). La contraction semble essentiellement thermique et il y aurait éventuellement une faible dépression capillaire provoquant la migration de l'eau. Les mêmes variations de déformation pendant les phases de gel et de dégel sont observées au cours de l'endommagement. Pour la pierre de Massangis, les déformations présentent une légère dilatation au cours des cycles de gel-dégel (Figure 4-3 (b)) ; et, pour la pierre de Lens, les déformations latérales sont irréversibles au cours du temps (Figure 4-4 (b)).

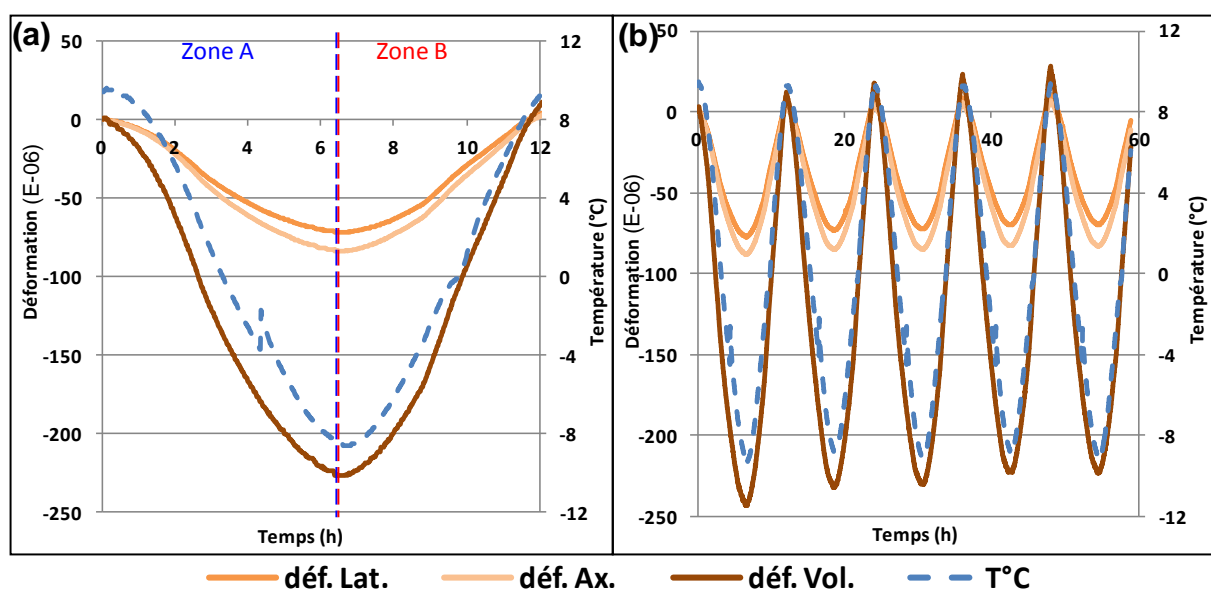


Figure 4-3 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de Massangis en fonction du temps pour (a) le 1<sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : dilatation et (b) de 47 à 52 cycles de gel-dégel

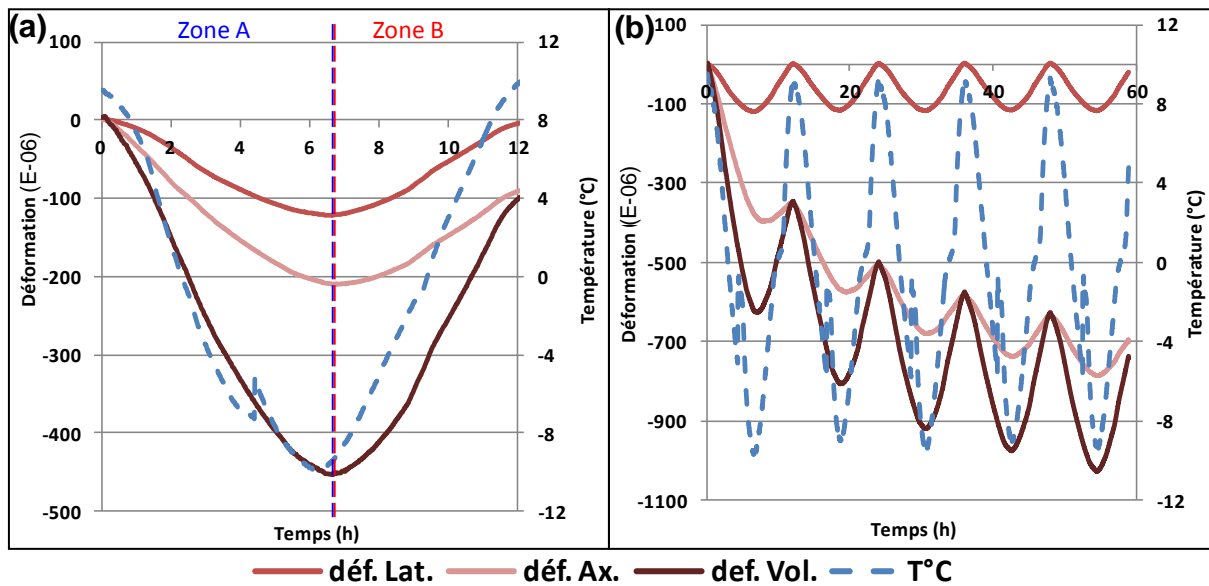


Figure 4-4 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de Lens en fonction du temps pour (a) le 1<sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : dilatation et (b) de 47 à 52 cycles de gel-dégel

Les déformations de la pierre de Savonnières dans le cas de la saturation naturelle (SA-) (Figure 4-5) pendant un cycle de gel-dégel sont relativement similaires aux pierres de Massangis et de Lens avec une phase de contraction pendant le gel (Figure 4-5 (a), zone A) et une phase de dilatation pendant le dégel (Figure 4-5 (a), zone C). Cependant, une dilatation instantanée est observée pendant la phase de congélation (Figure 4-5 (a), zone B) avec une reprise de la contraction sans qu'il y ait une variation de la température. Cela est probablement lié à la migration de l'eau non gelée dans le matériau. Le nombre croissant de cycles de gel-dégel ne modifie pas le comportement de cette pierre et les déformations restent réversibles au cours du temps (Figure 4-5 (b)).

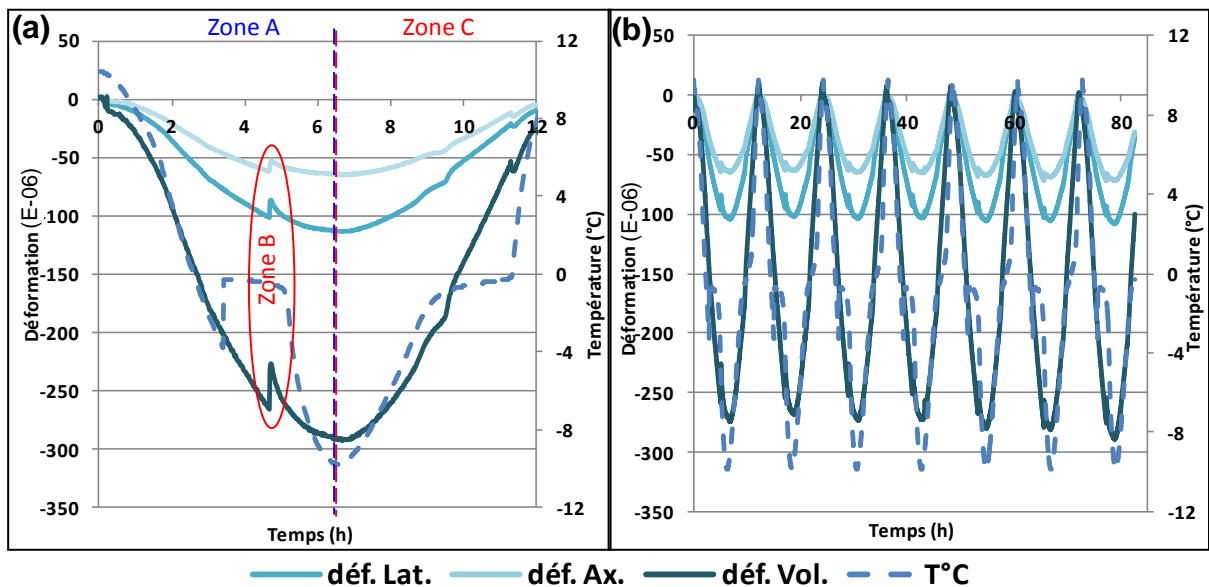


Figure 4-5 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de Savonnières (SA-) en fonction du temps pour (a) le 1<sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : dilatation instantanée puis reprise de la contraction, zone C : dilatation et (b) de 29 à 32 cycles de gel-dégel

Les pierres de Migné (Figure 4-6) et de Saint-Maximin (Figure 4-7) présentent toutes deux un comportement similaire mais plus complexe que celui des autres pierres.

Pendant la phase de gel, quatre étapes se distinguent. La première étape correspond à la contraction des pierres pendant que la température varie de 10 à 0°C (Figures 4-6 a) et 4-7 (a), zone A). Il s'agit d'une contraction purement thermique. Cette première phase de contraction est suivie d'un palier, qui correspond au domaine de la surfusion (de 0 à -4 °C) (Figures 4-6 (a) et 4-7 (a), zone B). La température remonte jusqu'à environ 0°C et reste constante pendant la transformation d'eau en glace. La contraction de la pierre reprend pendant cette phase malgré une augmentation de la température (Figures 4-6 (a) et 4-7 (a), zone C). Les contractions sont dues aux dépressions capillaires qui provoquent la migration de l'eau non gelée vers le front de glace (Prick, 1995). Puis, d'environ la moitié du palier à 0°C jusqu'à -10°C, il y a une phase de dilatation (Figures 4-6 (a) et 4-7 (a), zone D). La dilatation est provoquée par la surpression de l'eau, liée à la migration de l'eau et la croissance de la glace dans le matériau. Pendant cette étape, il y a toujours migration de l'eau menant à des contractions mais celles-ci sont beaucoup plus faibles que les dilatations provoquées par la croissance de la glace. Pendant la phase de dégel, deux étapes se distinguent. Lorsque la température augmente de -10 °C et tend vers 0°C, une contraction est observée (Figures 4-6 (a) et 4-7 (a), zone E). Elle est due à la dissipation des surpressions et à la redistribution de l'eau au sein de la pierre. À partir de 0°C jusqu'à 10°C, il y a une phase de dilatation suite à l'augmentation de la température (Figures 4-6 (a) et 4-7 (a), zone F).

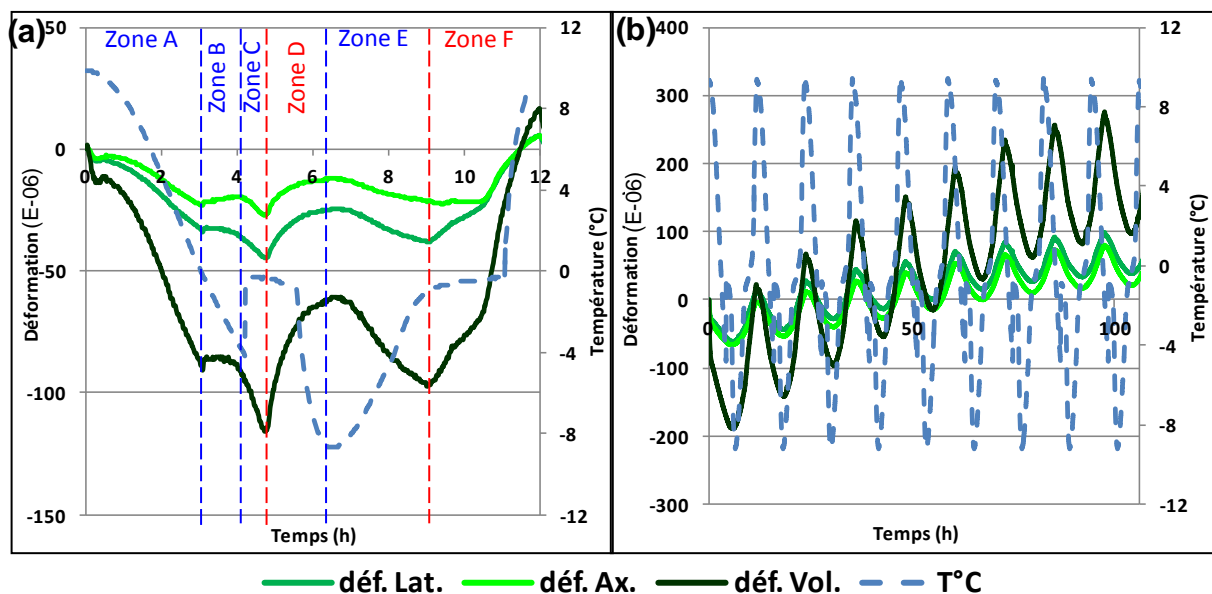


Figure 4-6 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de la pierre de Migné en fonction du temps pour (a) le 1<sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : palier, zone C : contraction, zone D : dilatation, zone E : contraction, zone F : dilatation et (b) de 22 à 30 cycles de gel-dégel

Pour la pierre de Migné, le comportement thermique a tendance à se simplifier avec un nombre croissant de cycles de gel-dégel (Figure 4-6 (b)). La phase de contraction au début du gel est toujours observée, puis au niveau du palier de température à 0°C pendant la transformation de l'eau en glace, la dilatation commence. La dilatation de cette pierre commence toujours pendant les phases de gel. Les déformations du premier cycle de gel-

dégel sont réversibles mais avec un nombre croissant de cycles, ces déformations deviennent irréversibles. Une dilatation résiduelle est observée, elle pourrait être due à de la fissuration.

Pour la pierre de Saint-Maximin, dès le premier cycle de gel-dégel, les déformations sont irréversibles (Figure 4-7 (b)). Une contraction résiduelle est observée au cours de l'endommagement. Le nombre croissant de cycles de gel-dégel ne provoque pas de variation du comportement de cette pierre.

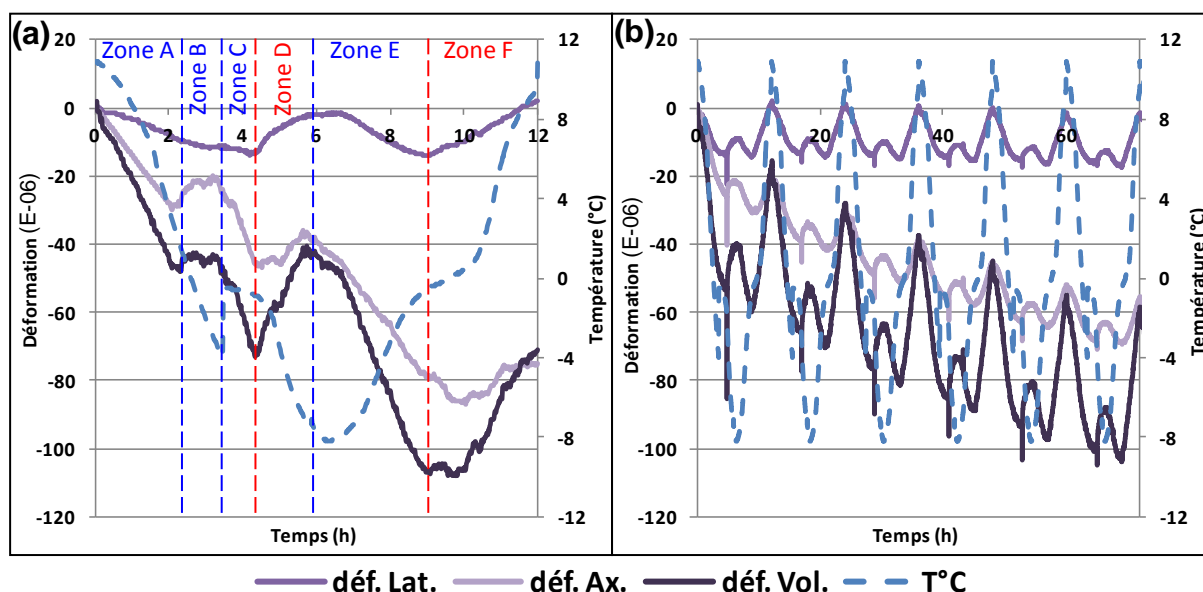


Figure 4-7 : Déformation et température d'une éprouvette de la pierre de Saint-Maximin en fonction du temps pour (a) le 1<sup>er</sup> cycle, zone A : contraction, zone B : palier, zone C : contraction, zone D : dilatation, zone E : contraction, zone F : dilatation et (b) de 26 à 31 cycles de gel-dégel

Deux comportements thermiques se distinguent lors de l'endommagement par les cycles de gel-dégel. D'une part, les pierres de Massangis et de Lens ne subissent pas de gradient thermique entre la surface et le centre de l'échantillon pendant les phases de gel et de dégel et les déformations observées sont essentiellement thermiques. D'autre part, les pierres de Savonnières, de Migné et de Saint-Maximin présentent un gradient thermique entre la surface et le cœur de l'échantillon et leurs déformations sont dues à la fois à la variation de la température et la migration d'eau non gelée au sein de la pierre. Pour ces trois pierres, l'origine des contraintes pendant l'endommagement sont donc variée.

## II. OBSERVATION MACROSCOPIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT

Lors de l'altération par les cycles de gel-dégel, certains échantillons subissent des dommages macroscopiques. Le tableau 4-1 regroupe les observations macroscopiques faites après chaque palier avec le nombre d'échantillons fissurés et d'échantillons cassés pour toutes les pierres.

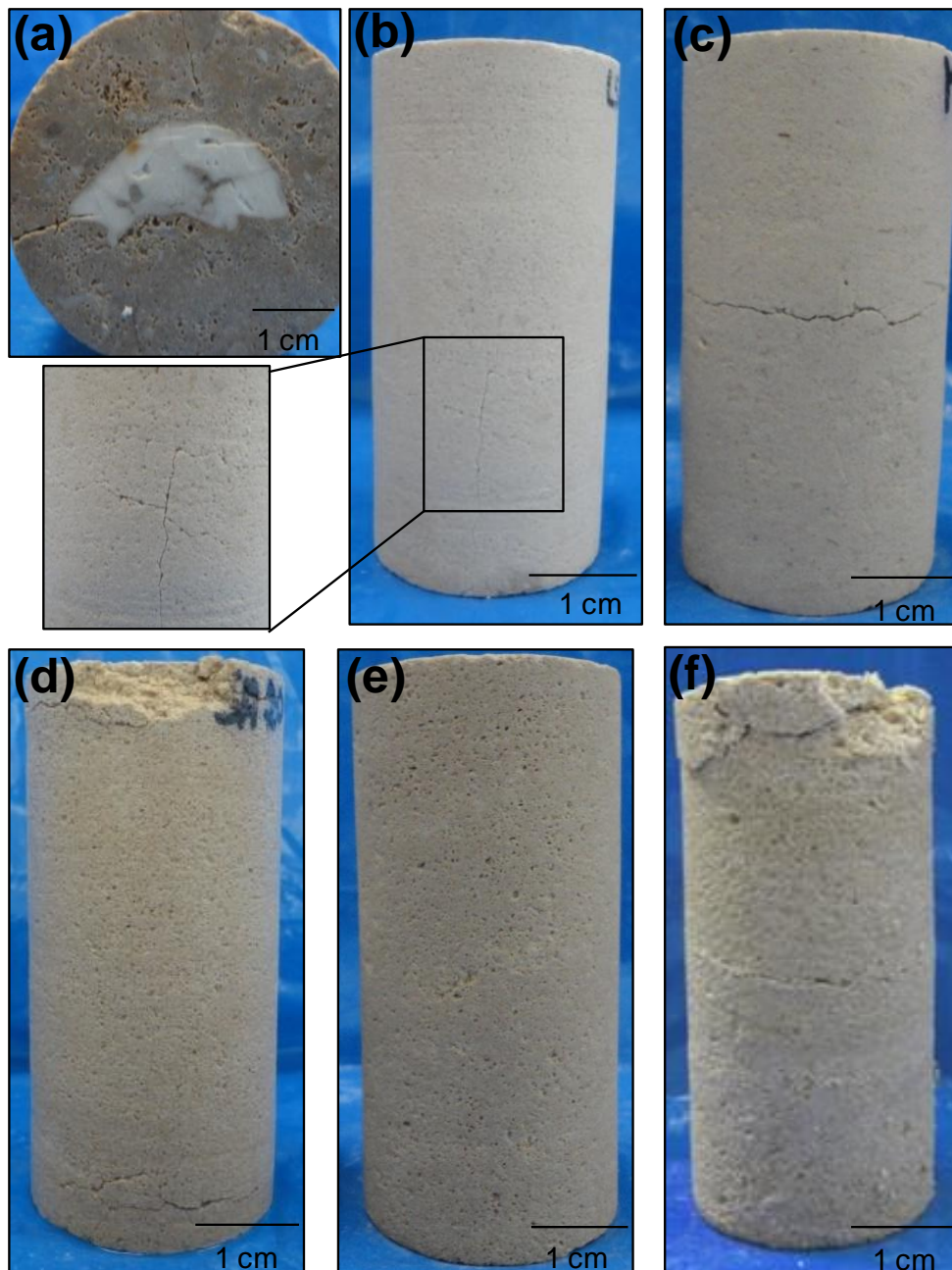
Pour les pierres de Massangis (Figure 4-8 (a)) et de Lens (Figure 4-8 (b)), les dégradations macroscopiques sont très peu nombreuses avec seulement un échantillon par pierre présentant des fissures au 220<sup>ème</sup> cycle de gel-dégel. De plus, pour la pierre de Massangis, la présence d'une inclusion centimétrique au sein de l'échantillon a pu aggraver la fissuration macroscopique. La pierre de Migné (Figure 4-8 (c)) présente des fissures macroscopiques transversales, localisées sur la partie centrale des échantillons à partir du 20<sup>ème</sup> cycle de gel-dégel. Les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+) (Figure 4-8 (d)) présentent de nombreuses dégradations macroscopiques avec des écaillages, des fissures et des échantillons cassés selon un litage. Les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-) (Figure 4-8 (e)) ne présentent aucun dommage macroscopique. La pierre de Saint-Maximin (Figure 4-8 (f)) présente beaucoup de dégradations avec un nombre important d'échantillons cassés le plus souvent selon un litage.

**Tableau 4-1 : Observation macroscopique de l'endommagement**

Pierre		Nombre de cycles de gel-dégel	Nombre d'échantillons fissurés	Nombre d'échantillons cassés
Nom usuel	Code			
Massangis	MA	220	1	-
Lens	LS	220	1	-
Migné	MI	20	1	-
		25	3	-
Savonnières	SA+	30	-	2
		40	-	3
		50	-	2
		60	-	3
	SA-	-	-	-
Saint-Maximin	MX	10	-	2
		20	-	1
		25	-	1
		30	-	14

Les dommages macroscopiques peuvent être considérés comme négligeables pour les pierres de Massangis, de Lens et les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-). Les pierres de Migné et de Saint-Maximin et les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+), quant à elles, présentent des dommages macroscopiques importants avec des fissurations, des écaillages ou des

échantillons cassés. L'altération causée par les cycles de gel-dégel est bien visible pour ces pierres.



**Figure 4-8 : Dommages macroscopiques pour les pierres de (a) Massangis à 220 cycles, (b) Lens à 220 cycles, (c) Migné à 25 cycles, (d) Savonnières SA+ à 60 cycles, (e) Savonnières SA- à 150 cycles, (f) Saint-Maximin à 30 cycles**

### III. EVOLUTION DES PROPRIETES PHYSIQUES

A la fin de chaque palier, un suivi continu de l'endommagement est réalisé avec la mesure de la vitesse des ondes P sur l'ensemble des échantillons saturés pour toutes les pierres. A chaque palier, trois échantillons de chaque pierre sont prélevés. Des mesures de la vitesse



des ondes P sur les échantillons à l'état sec et des mesures de la porosité totale à l'eau sous vide sont réalisées sur les échantillons prélevés. Pour chaque pierre, une autre série d'échantillons cylindriques de 4 cm de diamètre et de 4 cm de hauteur, issus d'une même carotte, subissant le même nombre de cycles de gel-dégel que les échantillons (4x8 cm) servent à suivre de façon continue l'évolution de porosité totale à l'eau sous vide aux différents stades de l'altération. Pour cela, la porosité totale à l'eau sous vide est mesurée sur les mêmes échantillons au cours des cycles de gel-dégel.

### III.1. Vitesse des ondes P

#### III.1.1. Suivi continu de la vitesse des ondes P à l'état saturé

Les vitesses de propagation des ondes P reflètent le niveau d'endommagement global de l'éprouvette. La figure 4-9 présente le suivi dynamique de l'endommagement par la mesure de la vitesse des ondes P sur l'ensemble des échantillons à l'état saturé en fonction du nombre de cycles de gel-dégel subis. La vitesse des ondes P présentée ici est normalisée par rapport aux valeurs de vitesse à l'état sain.

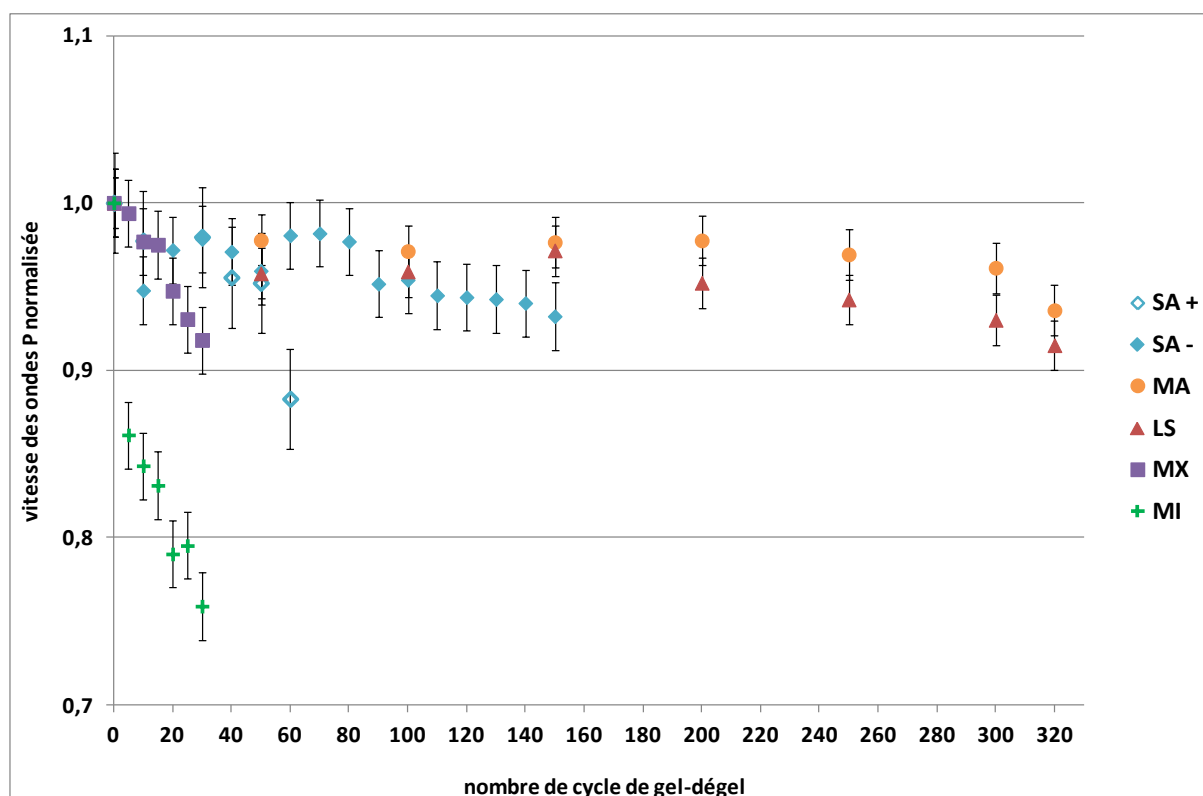


Figure 4-9 : Evolution relative de la vitesse des ondes P sur les échantillons saturés en fonction du nombre de cycles de gel-dégel

Pour l'ensemble des pierres, une diminution de la vitesse des ondes P par rapport à leurs valeurs initiales est observée. Cette diminution traduit une modification de la microstructure avec l'augmentation du volume de vide, et donc la formation de fissure au sein de la microstructure.

La pierre de Migné présente la chute de vitesse la plus importante, avec une perte de 25% en 30 cycles. La diminution de la vitesse est très importante après le premier palier à 5 cycles de gel-dégel avec une perte de 15% ; puis la diminution de la vitesse devient régulière jusqu'au 30<sup>ème</sup> cycle. Les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+) présentent une chute régulière jusqu'à 10% en 60 cycles de gel-dégel, malgré un écart-type important. Pour les autres pierres, la perte de vitesse est d'environ 10% mais le nombre de cycles de gel-dégel nécessaire pour atteindre cette valeur est différent. Pour les pierres de Massangis et de Lens, il faut 320 cycles de gel-dégel. Pour ces deux pierres, le premier palier à 50 cycles montre une diminution de 3%, puis la variation de la vitesse est quasiment constante à – 3% jusqu'au 250<sup>ème</sup> cycle. A partir de ce palier, la chute de la vitesse reprend jusqu'à environ 10%. Pour les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA -), il faut 150 cycles de gel-dégel pour avoir la diminution d'environ 10%. Une perte de 3% est observée après les 10 premiers cycles. Cette chute reste constante jusqu'au 80<sup>ème</sup> cycle, puis la diminution reprend régulièrement jusqu'à 150 cycles. Pour la pierre de Saint-Maximin, la diminution s'effectue de façon régulière au cours des cycles jusqu'à une perte d'environ 10% en 30 cycles de gel-dégel.

### III.1.2. Vitesse des ondes P à l'état sec

Les vitesses des ondes P mesurées à différents stades de l'altération à l'état sec et normalisées par rapport à leurs valeurs initiales sont représentées dans la figure 4-10. Un comportement similaire est observé entre l'état saturé et l'état sec avec une diminution de la vitesse des ondes P.

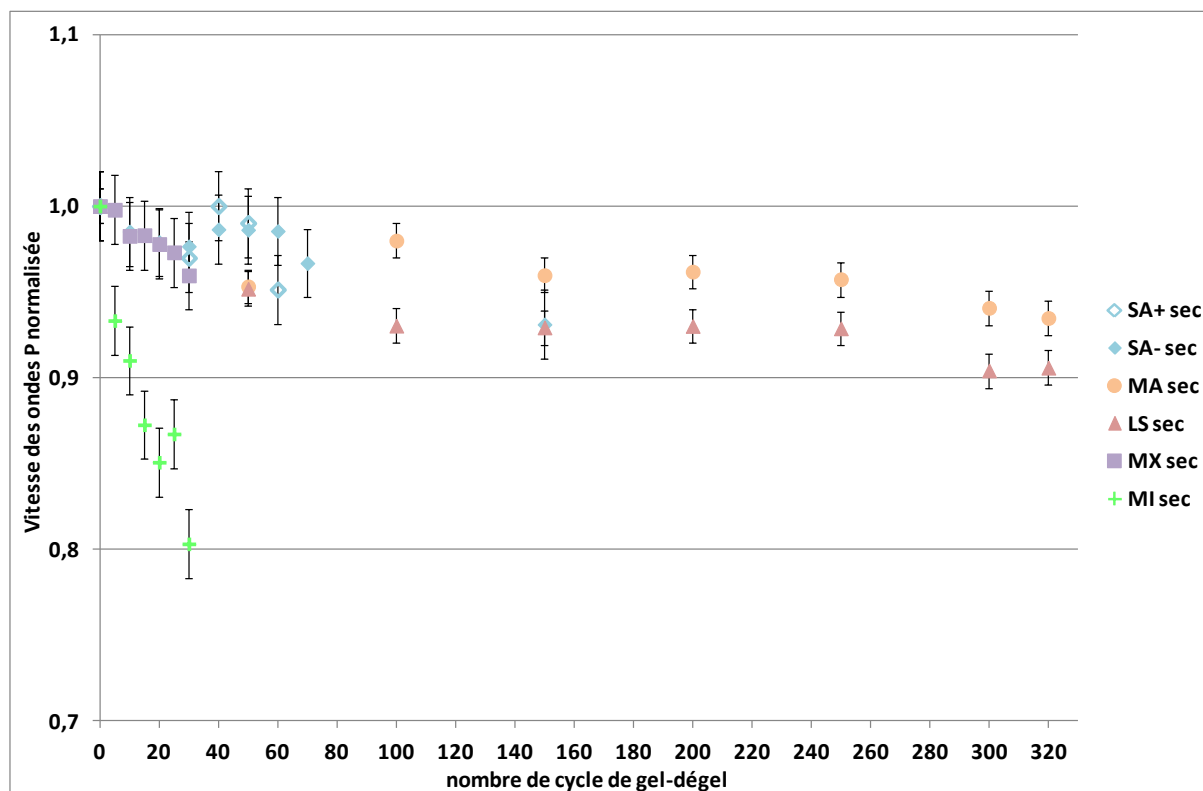


Figure 4-10 : Evolution relative de la vitesse des ondes P sur les échantillons secs en fonction du nombre de cycles de gel-dégel



Pour les pierres de Massangis et de Lens, la perte de vitesse est toujours d'environ 10% en 320 cycles. Pour les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+), la chute de vitesse est de 6% en 60 cycles et pour les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-) de 8% en 150 cycles. En 30 cycles de gel-dégel, la perte de vitesse est de 20% pour la pierre de Migné et de 5% pour la pierre de Saint-Maximin.

## III.2. Porosité totale

### III.2.1. Porosité totale sur les échantillons 4x8 cm

L'évolution relative de la porosité totale à l'eau sous vide en fonction du nombre de cycles est présentée dans la figure 4-11. D'une façon générale, la porosité totale montre une augmentation de faible amplitude avec des écarts-types importants. Les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+) présentent l'augmentation de la porosité totale la plus importante avec une augmentation régulière jusqu'à 9% en 60 cycles. En 30 cycles, l'augmentation de la porosité totale se fait de façon régulière jusqu'à 5% pour la pierre de Migné. De plus, pour la pierre de Migné, une expansion volumique a été observée, ce qui pourrait être dû à la présence de fissure. Pour la pierre de Saint-Maximin, une augmentation de la porosité totale de 2 % est observée à 30 cycles. Pour les pierres de Massangis, de Lens et les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-), l'évolution de la porosité totale présente des oscillations autour de leurs valeurs initiales. Il existe des hétérogénéités entre les échantillons pour chacune des pierres ce qui amène à des écart-types importants.

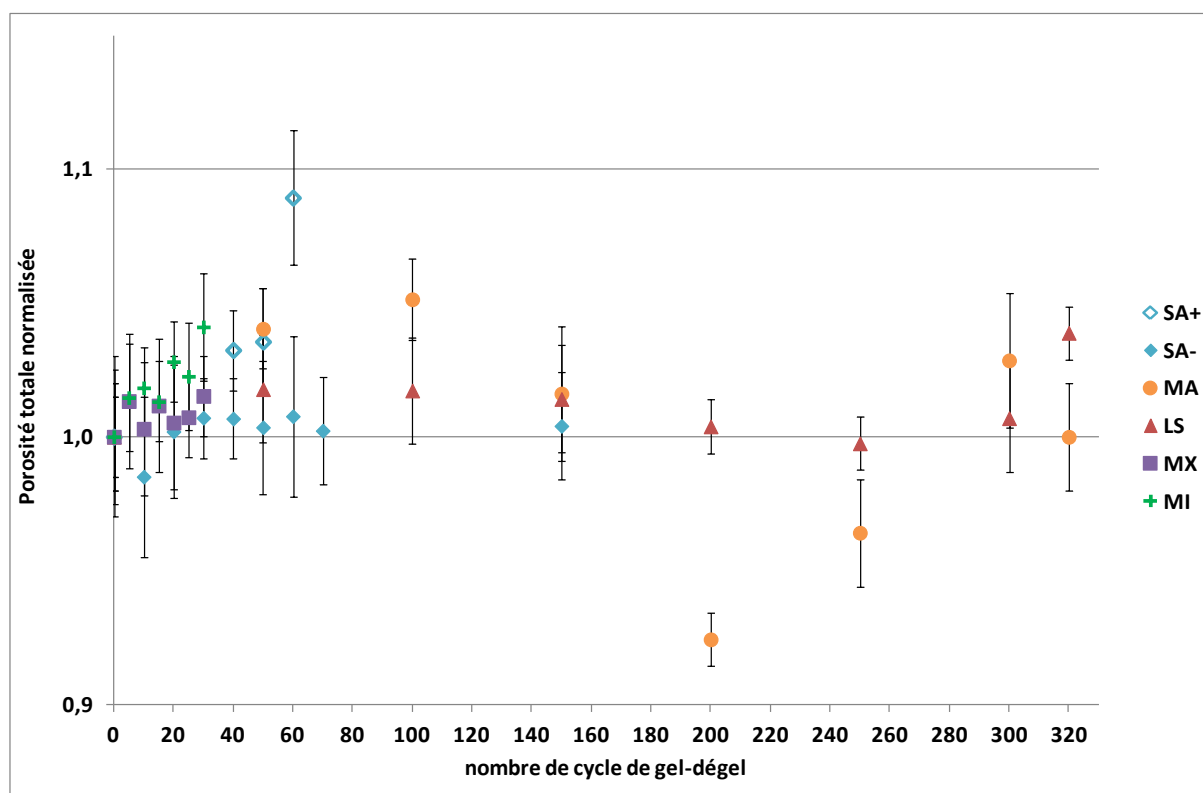
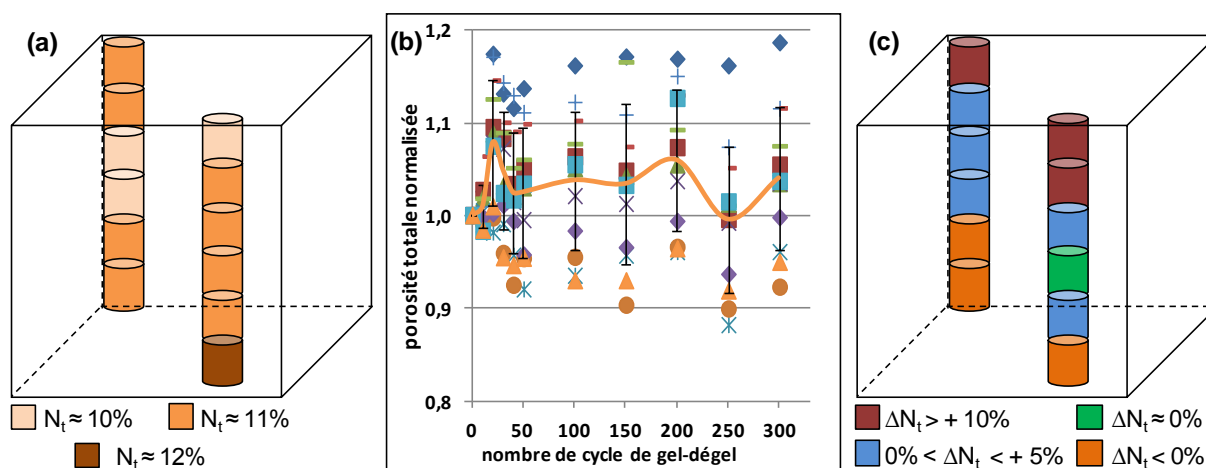


Figure 4-11 : Evolution relative de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel

### III.2.2. Suivi continu de la porosité totale sur les échantillons 4x4 cm

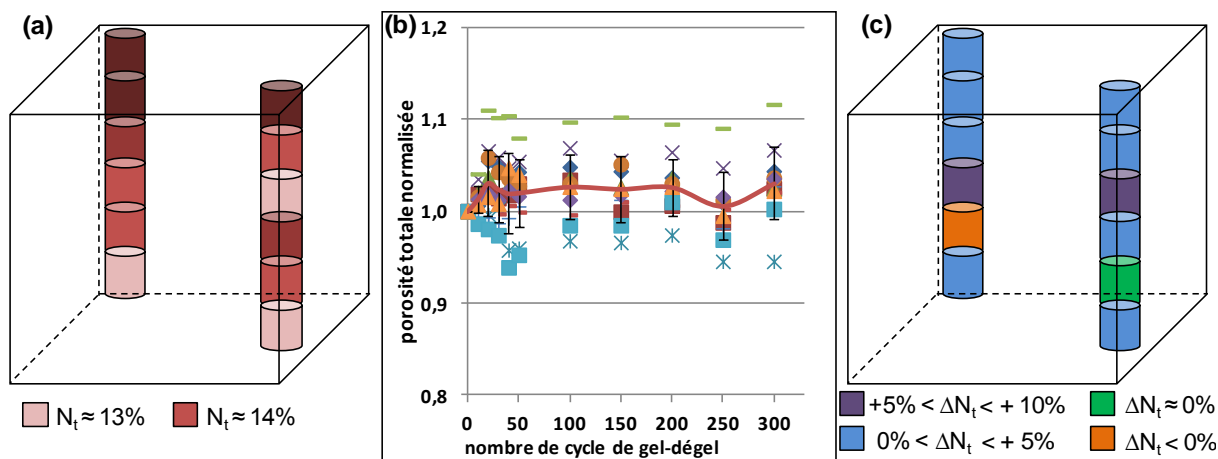
Afin de palier à l'hétérogénéité entre les échantillons, des mesures de porosité totale sous vide sont réalisées sur les mêmes échantillons à chaque palier au cours des cycles de gel-dégel. Les figures 4-12 à 4-16 présentent l'évolution de la porosité totale sur les douze échantillons étudiés par type de pierre et la distribution de cette porosité totale au sein du bloc à l'état initial et final de l'altération pour chaque pierre. Les degrés de saturation de ces petits échantillons sont les mêmes que pour les échantillons 4x8 cm, sauf pour la pierre de Savonnières, où la saturation naturelle est plus élevée que pour les échantillons 4x8 cm (SA-), la saturation est égale à 70%.

Pour la pierre de Massangis (Figure 4-12), le suivi de la porosité totale montre quatre tendances différentes au cours de l'altération, malgré une porosité plutôt homogène à l'état initial. Trois échantillons ont une diminution de la porosité ; un échantillon a une porosité constante ; quatre échantillons présentent une augmentation de 5% environ et trois échantillons ont une augmentation de plus de 10%. A l'état final, trois litages peuvent être distingués, mais ce n'est pas forcément en lien avec la porosité initiale. L'évolution de la porosité moyenne des 12 échantillons 4x4 cm suit la même tendance que la porosité totale sur les échantillons 4x8 cm.



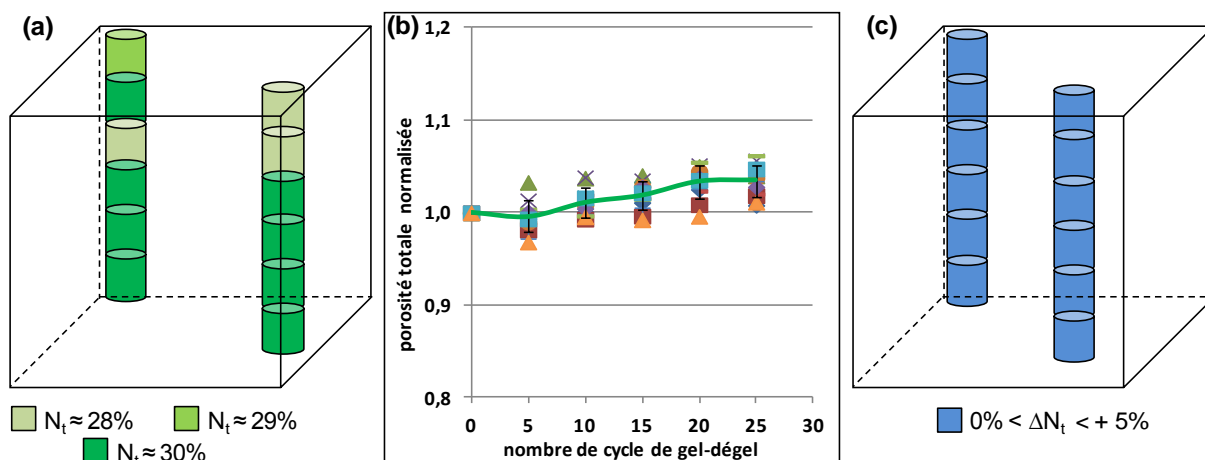
**Figure 4-12 : Pour la pierre de Massangis (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 12 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final**

Pour la pierre de Lens (Figure 4-13), le suivi de la porosité totale montre aussi quatre tendances différentes pendant l'altération par les cycles de gel-dégel. Un échantillon a une diminution de la porosité ; un échantillon a une porosité constante ; huit échantillons présentent une augmentation comprise entre 1 et 5% et deux échantillons ont une augmentation comprise entre 5 et 10%. La distribution de cette porosité à la fin des cycles de gel-dégel n'est pas autant dispersée que pour la pierre de Massangis. La porosité moyenne des 12 échantillons montre une évolution similaire à la porosité totale des échantillons 4x8 cm.



**Figure 4-13 : Pour la pierre de Lens (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 12 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final**

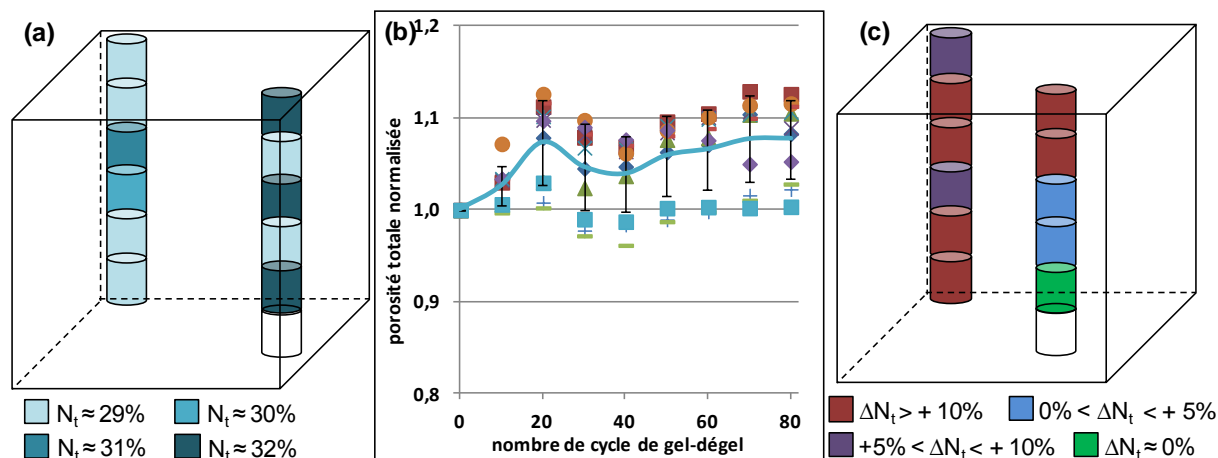
Pour la pierre de Migné (Figure 4-14), le suivi de la porosité totale montre une évolution stable comparable à celle des échantillons 4x8 cm, avec une augmentation de la porosité totale comprise entre 1 et 5%. La distribution de la porosité est homogène au sein du bloc. Au 25<sup>ème</sup> cycle, des échantillons présentent des fissures macroscopiques et des écaillages.



**Figure 4-14 : Pour la pierre de Migné (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 12 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final**

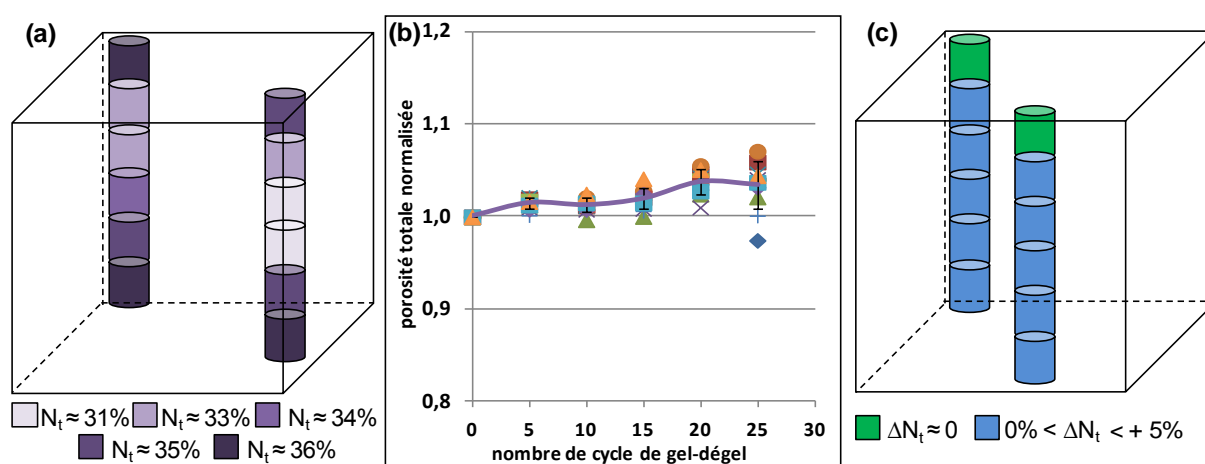
Pour la pierre de Savonnières (Figure 4-15), le suivi de la porosité totale montre une augmentation d'environ 10% pour six échantillons, une augmentation comprise entre 5 et 10% pour deux échantillons et peu ou pas de variation de la porosité totale pour trois échantillons. Certains échantillons présentent des fissures au bout de 80 cycles de gel-dégel. La porosité moyenne des 11 échantillons montre une augmentation au cours du temps. Cette variation de la porosité totale se rapproche de celle obtenue pour les échantillons de la saturation longue durée (SA+). La répartition de cette porosité à la fin des

cycles de gel-dégel est très variable au sein du bloc. La porosité à l'état initial ne semble pas avoir d'influence sur l'évolution de la porosité au cours de l'altération.



**Figure 4-15 :** Pour la pierre de Savonnières (SA+) (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 11 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final

Pour la pierre de Saint-Maximin (Figure 4-16), le suivi de la porosité totale montre une augmentation de la porosité totale comprise entre 1 et 5% pour dix échantillons et pour deux échantillons, la porosité totale reste constante au cours de l'altération. Cela est similaire à l'évolution de la porosité totale des échantillons 4x8 cm. La distribution de la porosité est relativement homogène au sein du bloc à la fin des cycles de gel-dégel, malgré une distribution hétérogène à l'état initial. La porosité totale ne semble donc pas avoir d'influence sur la variation de la porosité au cours de l'altération. Et, comme pour la pierre de Migné, des échantillons présentent des fissures macroscopiques et des écaillages au 25<sup>ème</sup> cycle de gel-dégel.



**Figure 4-16 :** Pour la pierre de Saint-Maximin (a) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état initial, (b) évolution de la porosité totale en fonction du nombre de cycles de gel-dégel sur les mêmes échantillons (la courbe représente la porosité moyenne des 12 échantillons) et (c) distribution de la porosité totale dans le bloc à l'état final

Ce suivi sur les mêmes échantillons permet de mettre en évidence l'augmentation de la porosité totale causée par l'altération par le gel. Cependant, les augmentations de porosité restent faibles, ce qui n'est pas incohérent avec la formation de fissures, qui représentent une porosité en deux dimensions, sans augmentation significative de la quantité de vides dans le matériau. De plus, pour une même pierre, sa porosité initiale n'a pas d'influence sur l'évolution de la porosité totale au cours de l'altération par des cycles de gel-dégel.

### III.3. Indice de continuité

L'indice de continuité moyen, calculé grâce aux mesures de vitesse des ondes P, en fonction de la porosité totale moyenne à la fin de l'altération est représenté sur la figure 4-17. Cette représentation graphique permet d'estimer la morphologie des pores. Pour les pierres de Massangis, de Lens, et les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-), la porosité totale présente peu de variation et l'indice de continuité diminue, un décalage vers la porosité de fissure est observé. Pour les pierres de Migné, de Saint-Maximin et les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+), la porosité totale augmente légèrement et l'indice de continuité diminue. Il y a un décalage vers la porosité de pore. Les cycles de gel-dégel ont donc modifié la morphologie des pores.

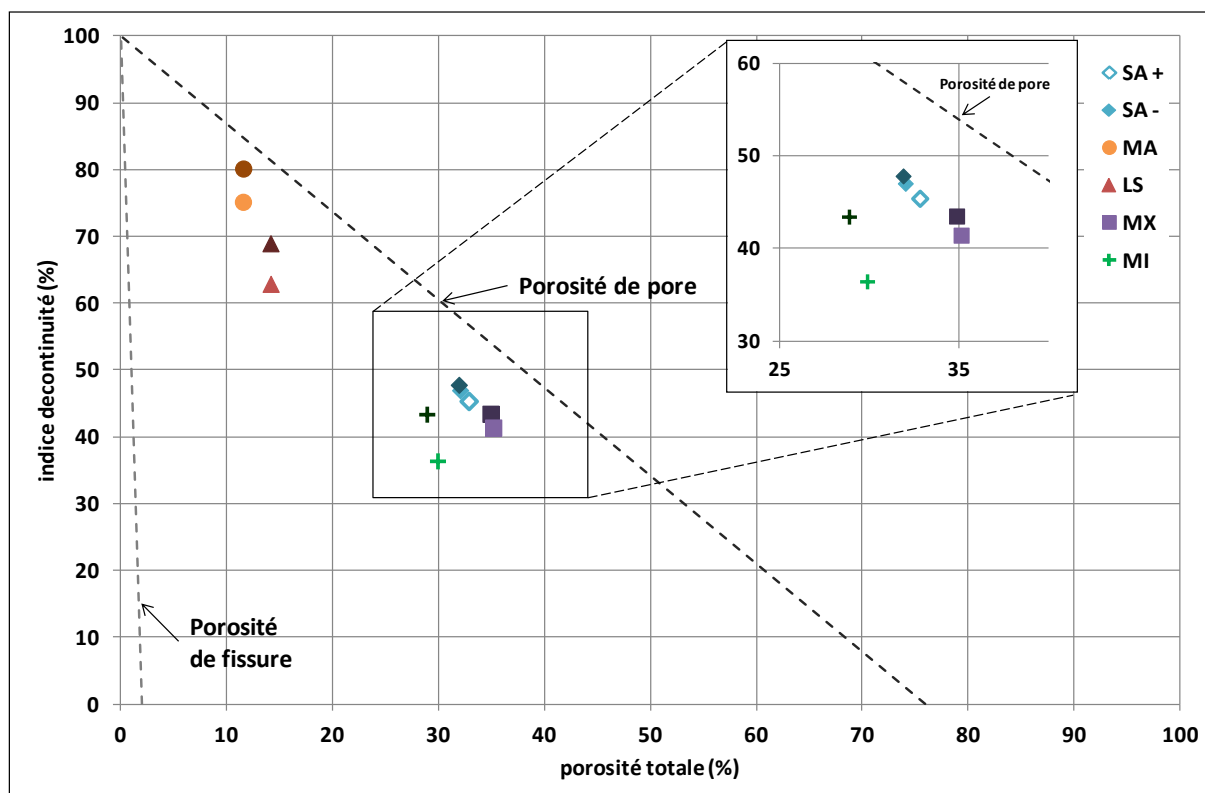


Figure 4-17 : Indice de continuité en fonction de la porosité totale à l'état initial (marqueurs foncés) et à la fin des cycles de gel-dégel

## **IV. EVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES**

A la fin de chaque palier, trois échantillons de chaque pierre sont prélevés. Un quatrième échantillon est prélevé si des essais de flexion semi-circulaire sont prévus. Cet essai n'est prévu qu'un palier sur deux. Trois échantillons équipés de jauges subissent l'essai de compression uniaxiale cyclique. Enfin, le quatrième échantillon est préparé et utilisé pour l'essai de flexion semi-circulaire.

### **IV.1. Module d'Young**

#### ***IV.1.1. Module d'Young dynamique***

La figure 4-18 présente la variation normalisée des modules d'Young dynamique, calculés à partir de la vitesse des ondes P à l'état sec, réalisés sur trois échantillons, en fonction du nombre de cycles de gel-dégel. Les modules d'Young dynamiques suivent la même tendance que la variation de la vitesse des ondes P avec une chute entre l'état initial et la fin des cycles de gel-dégel. Cependant, les pertes pour le module d'Young dynamique sont plus importantes que celles de la vitesse des ondes P. En 320 cycles, les pierres de Massangis et de Lens subissent des pertes de respectivement 10% et 20%. Une chute est observée à 50 cycles, puis les modules restent quasiment constants jusqu'au 250<sup>ème</sup> cycle et enfin, la diminution reprend jusqu'à 320 cycles. Les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-) subissent une perte d'environ 12 % en 150 cycles. La chute du module est marquée à partir du 70<sup>ème</sup> cycle. Les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+) présentent une perte de 14% en 60 cycles. La diminution se fait de façon relativement régulière. En 30 cycles, pour la pierre de Migné, la perte est de 35%. A 5 cycles, la chute est importante puis, la diminution se fait de façon progressive jusqu'au 30<sup>ème</sup> cycle. Pour la pierre de Saint-Maximin, la diminution se fait de façon régulière jusqu'à une perte maximale de 8% à 30 cycles de gel-dégel.

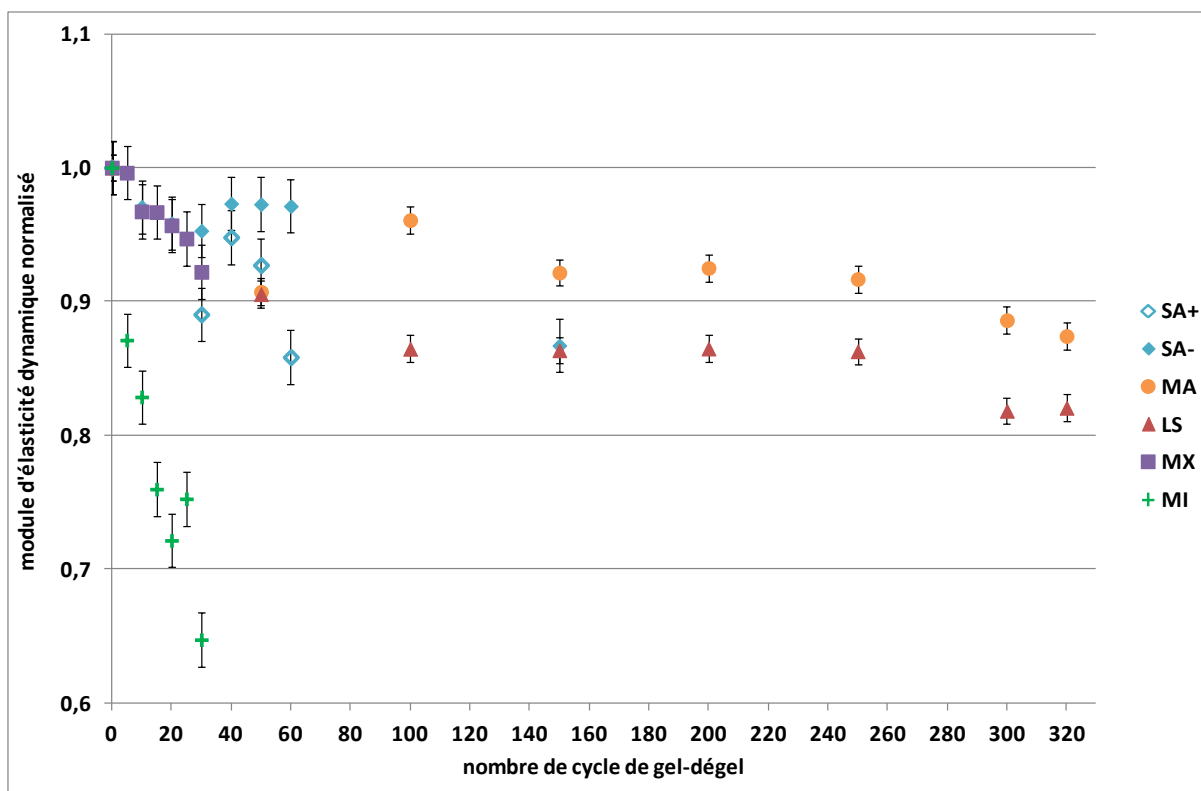


Figure 4-18 : Evolution relative du module d'Young dynamique en fonction du nombre de cycles de gel-dégel

#### IV.1.2. Module d'Young statique

Le module d'Young statique est déterminé grâce à l'essai de compression uniaxiale cyclique. Il correspond à la pente de la courbe de contrainte-déformation en déchargement lors d'un cycle de chargement-déchargement. Pendant l'essai de compression cyclique, trois cycles de chargement-déchargement sont réalisés. Les contraintes maximales de chacun des trois cycles de chargement-déchargement, varient selon la résistance de chaque pierre (cf. **Chapitre 2 – III.2.2.**). Les modules d'Young statiques sont déterminés pour chacun des trois déchargements.

La figure 4-19 présente un exemple de variation de ces trois modules statiques en fonction des cycles : E1, E2 et E3 ainsi que le module apparent Eapp en fonction du nombre de cycles de gel-dégel pour les cinq pierres. Le module apparent correspond la pente du début de chargement de la courbe contrainte-déformation pour un niveau de contrainte faible de 1 à 2,5 MPa. L'annexe B présente la variation de ces modules statiques et apparents pour l'ensemble des échantillons étudiés en fonction du nombre de cycles de gel-dégel.

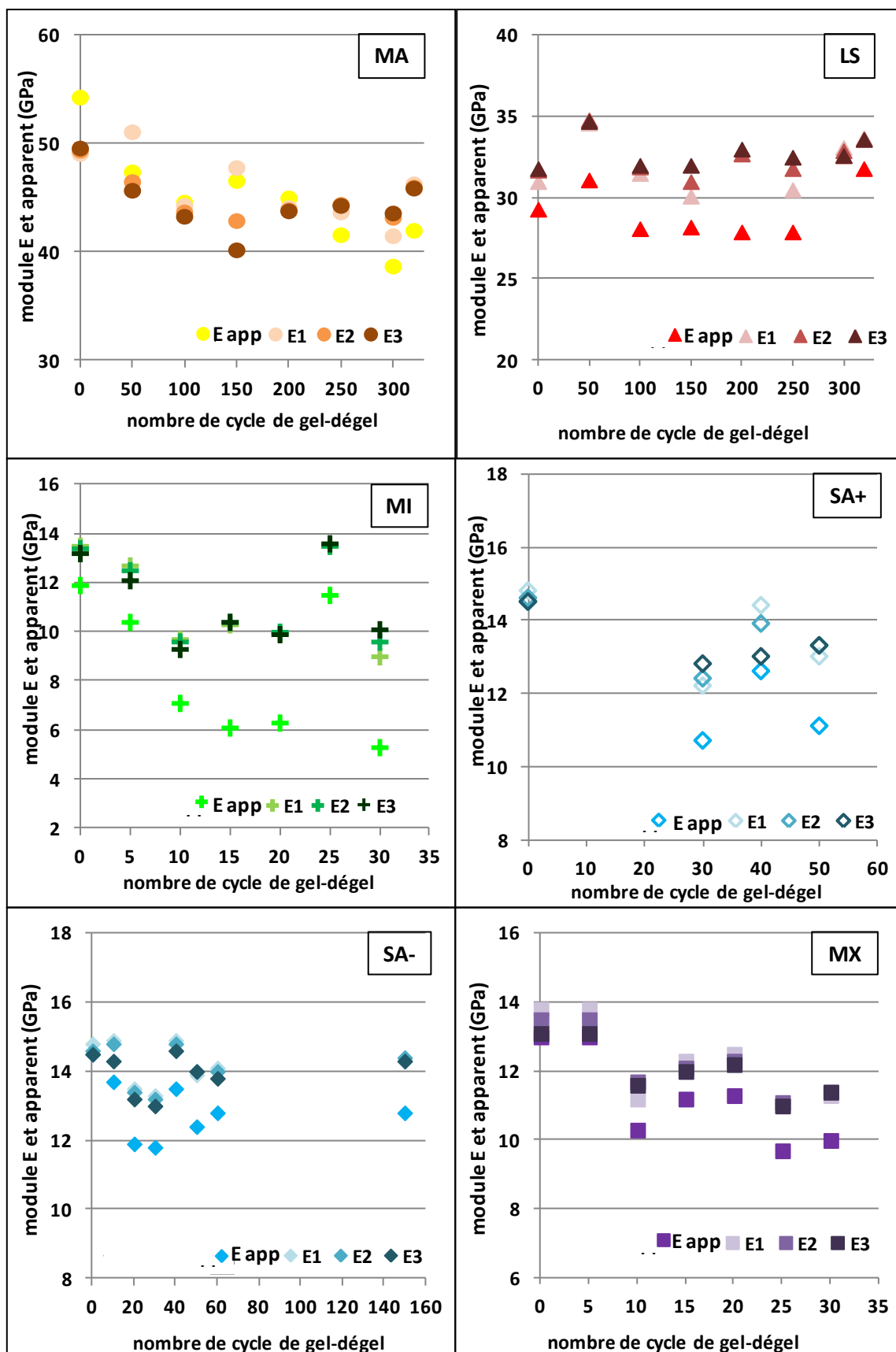


Figure 4-19 : Evolution détaillée des modules selon les cycles de chargement-déchargement en fonction du nombre de cycles de gel-dégel (E app : module apparent ; E1 : module du premier cycle de chargement-déchargement ; E2 : module du deuxième cycle de chargement-déchargement ; E3 : module du troisième cycle de chargement-déchargement)



Pour toutes les pierres, les modules E1, E2 et E3 sont confondus ou très proches ; nous choisissons donc de prendre la moyenne des trois modules E1, E2 et E3 pour le module statique de l'échantillon.

Pour l'ensemble des pierres, une chute des modules E1, E2 et E3 et du module apparent est observée. La chute du module apparent est beaucoup plus importante que celle des autres modules E1, E2 et E3. Comme le module apparent est déterminé à de faibles niveaux de contrainte, il est affecté par la présence de fissures car la contrainte appliquée n'est pas assez élevée pour fermer toutes les fissures quasiment perpendiculaires à la contrainte. La diminution du module apparent est ainsi un indicateur intéressant car cela signifie qu'il y a un développement des fissures en fonction des sollicitations thermiques (Eslami, 2010).

Les suivis du module d'Young statique moyen des trois cycles de chargement-déchargement et du module apparent pour les trois échantillons étudiés à chaque palier sont représentés sur la figure 4-20.

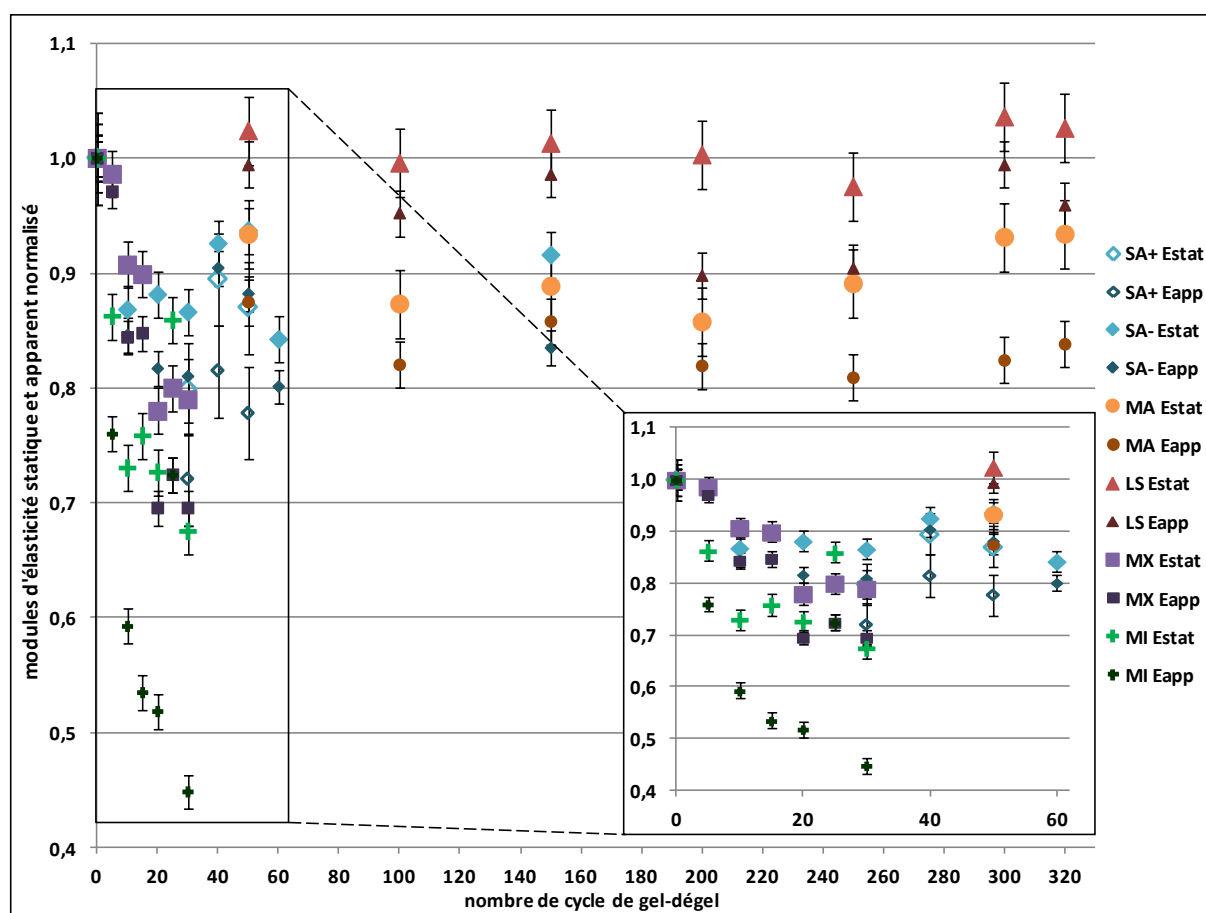


Figure 4-20 : Evolution relative du module d'Young statique (Estat) et du module apparent (Eapp) en fonction du nombre de cycles de gel-dégel

Les résultats montrent un comportement similaire entre le module apparent et le module d'Young dynamique, alors que le comportement du module d'Young statique ne semble pas être affecté de la même façon.

Pour la pierre de Massangis, le module d'Young statique présente une perte de 8% et le module apparent une perte d'environ 20% en 320 cycles. Pour la pierre de Lens, il n'y a pas de variation marquée pour le module d'Young statique avec le nombre de cycles tandis que la valeur du module apparent montre une diminution de 4% en 320 cycles de gel-dégel. Pour la pierre de Savonnières, les échantillons de la saturation longue durée (SA+) présentent une chute de 15% pour le module d'Young statique et de 20% pour le module apparent en 50 cycles de gel-dégel, alors que les échantillons de la saturation naturelle (SA-) présentent des chutes plus faibles, une perte de 8% pour le module d'Young statique et de 15% pour le module apparent en 150 cycles. La pierre de Saint-Maximin présente une chute de 20% pour le module d'Young statique et de 30% pour le module apparent en 30 cycles de gel-dégel. Le module d'Young statique et le module apparent de la pierre de Migné présentent des pertes de respectivement 30% et 55% en 30 cycles. L'écart entre le module d'Young statique et le module apparent est le plus important pour la pierre de Migné, cela montre un endommagement global plus important avant la rupture pour cette pierre.

#### IV.1.3. Comparaison des modules d'Young dynamique et statique

La figure 4-21 présente l'évolution des modules d'Young dynamiques et statiques en fonction du nombre de cycle de gel-dégel pour chaque type de pierre.

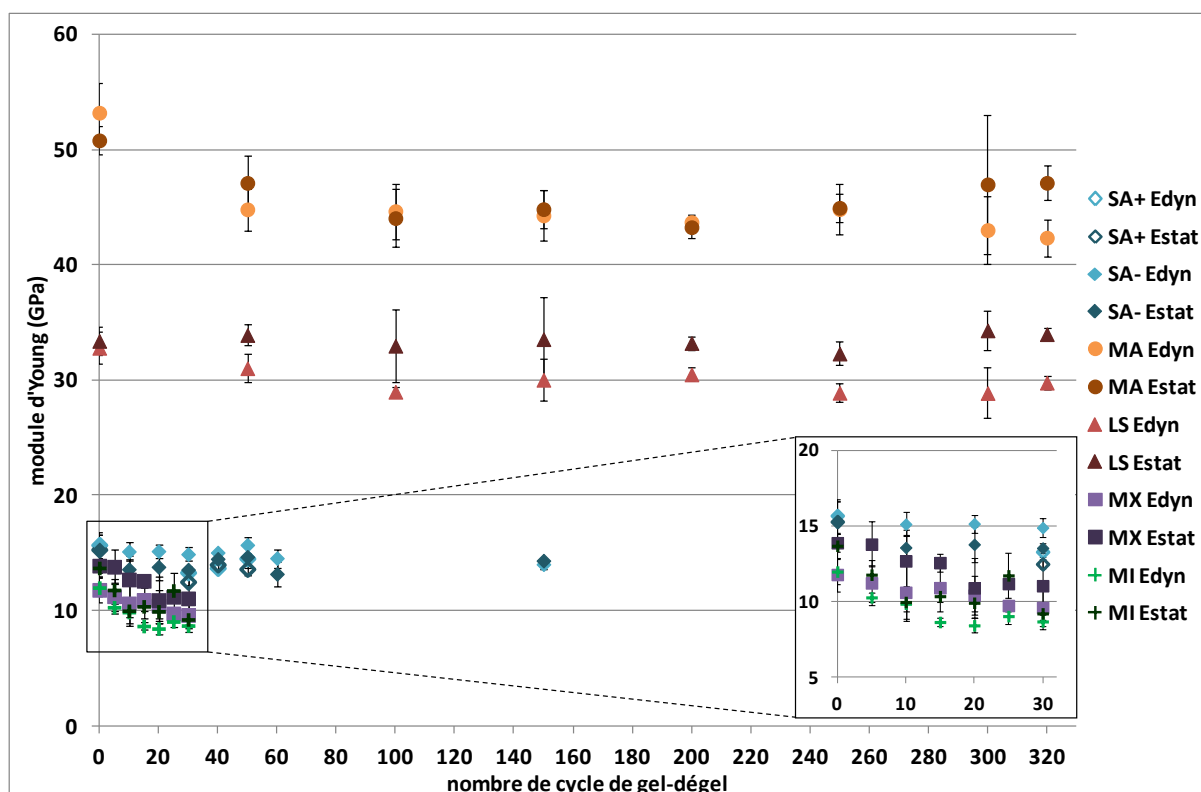


Figure 4-21 : Evolution du module d'Young dynamique (Edyn) et du module d'Young statique (Estat) en fonction du nombre de cycles de gel-dégel

De façon général, le module d'Young statique est inférieur au module d'Young dynamique (Guéguen, 1992 ; Christaras, 1994) car les fissures peuvent être refermées pendant la compression. Cependant, cette tendance n'est pas observée pour l'ensemble des pierres.

Pour la pierre de Massangis, à l'état sain, le module d'Young dynamique est supérieur au module d'Young statique ; puis au cours de l'altération cela s'inverse, le module statique est supérieur au module dynamique. Pour les pierres de Lens, de Migné et de Saint-Maximin, le module statique est toujours supérieur au module d'Young dynamique au cours de l'altération. Par contre, pour les échantillons des deux saturations de la pierre de Savonnières, le module d'Young dynamique est supérieur au module d'Young statique avec un nombre croissant de cycles de gel-dégel.

La figure 4-22 illustre la corrélation entre les modules d'Young statique et dynamique normalisés au cours des cycles de gel-dégel. Les points de coordonnées (1,0 ; 1,0) représentent l'état sain pour toutes les pierres. Deux groupes de pierres se distinguent, d'une part les pierres de Massangis et de Lens et d'autre part les pierres de Savonnières, de Migné et de Saint-Maximin. Pour les pierres de Massangis et de Lens, le module d'Young dynamique diminue plus que le module d'Young statique. L'endommagement de ces pierres semble superficiel et les fissures sont localisées de façon à ne pas avoir d'impact sur l'essai de compression cyclique. Pour les pierres de Migné, de Saint-Maximin et les échantillons des deux saturations de la pierre de Savonnières, les modules d'Young dynamique et statique diminuent conjointement. L'endommagement de ces pierres est donc plus profond et les fissures sont réparties dans l'ensemble de l'échantillon, ce qui a un impact sur l'essai de compression cyclique.

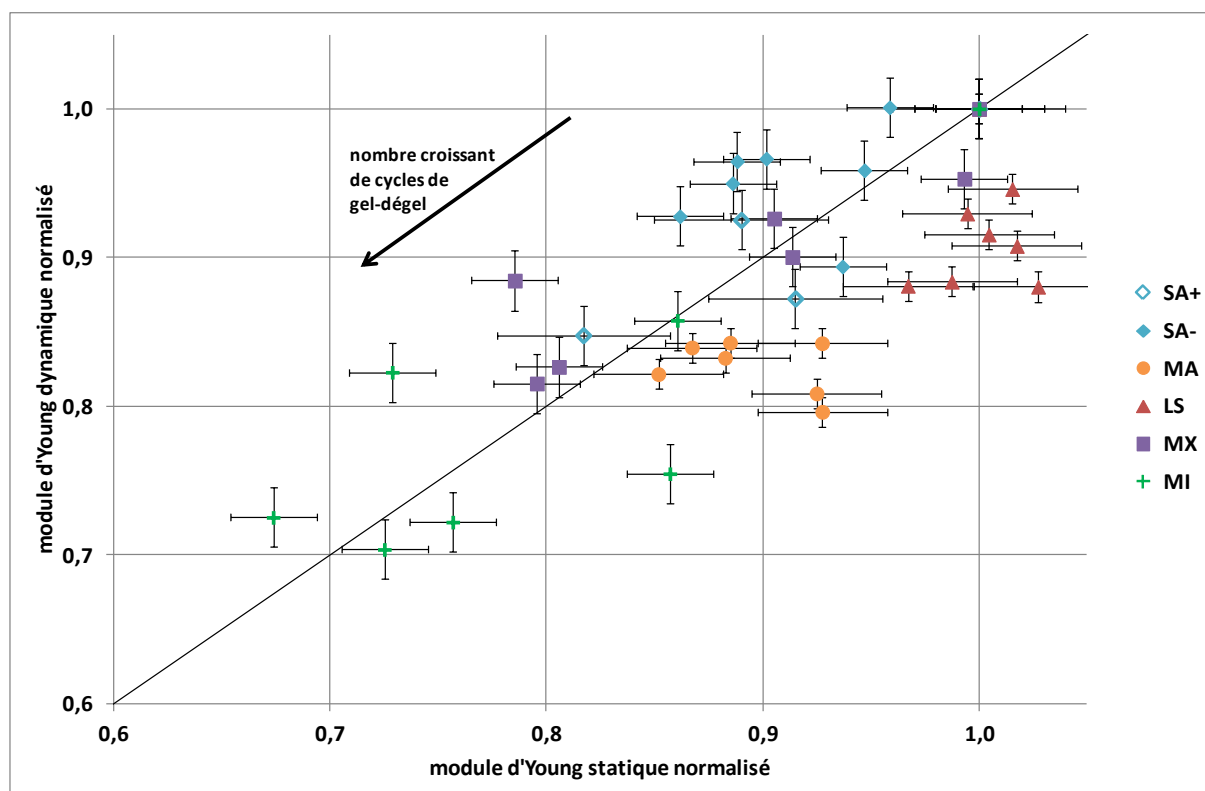


Figure 4-22 : Evolution relative du module d'Young dynamique en fonction de l'évolution relative du module d'Young statique au cours des cycles de gel-dégel

## IV.2. Résistance à la compression

L'évolution relative de la résistance à la compression en fonction du nombre de cycles de gel-dégel est présentée dans la figure 4-23. La première observation est qu'il est difficile de cerner une tendance, les résultats étant très hétérogènes d'un palier à l'autre. La résistance de la pierre de Massangis notamment présente des pertes de résistance très irrégulières en fonction du nombre de cycles. Par exemple, à 50 cycles et à 250 cycles, la perte de résistance est de 45% alors qu'à 320 cycles, la perte de résistance est de 10%. Ces variations peuvent être attribuées à l'hétérogénéité qui existe dans le matériau à l'état sain ou à un endommagement hétérogène. Pour la pierre de Lens, il n'y a pas de variation notable de la résistance. Cela est cohérent avec les résultats obtenus pour les modules d'Young statiques au cours de l'altération. Pour les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-), la perte de résistance est variable et pouvant être comprise entre 5% à 150 cycles et 25% à 60 cycles. Pour les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+), la perte de la résistance est régulière au cours de l'altération et la perte est de 30% au 50<sup>ème</sup> cycle de gel-dégel. La pierre de Migné présente la perte de résistance la plus régulière en fonction du nombre de cycles de gel-dégel, avec jusqu'à 30% de chute à 30 cycles de gel-dégel. La pierre de Saint-Maximin présente peu de chute de résistance avec une perte de 4%, malgré une diminution importante du module d'Young statique.

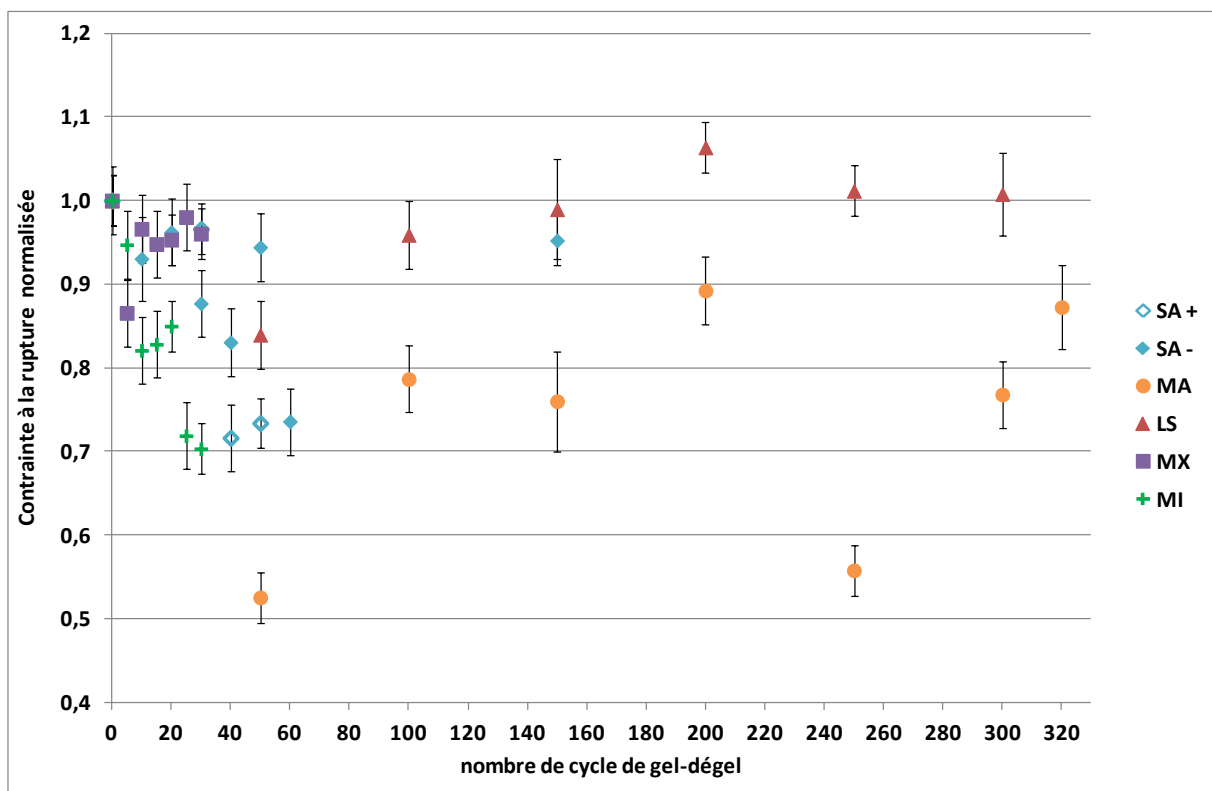


Figure 4-23 : Evolution relative de la résistance à la compression en fonction du nombre de cycles de gel-dégel

Les mesures de la résistance en compression peuvent être plus ou moins sensibles à l'endommagement de la microstructure selon la direction des microfissures ou leur répartition

spatiale. Si l'endommagement est superficiel et que les fissures sont essentiellement situées en surface, alors la résistance à la compression est peu impactée par la présence de ces fissures.

### **IV.3. Facteur d'intensité des contraintes critique**

L'évolution relative de la ténacité des cinq pierres calcaires en fonction du nombre de cycles de gel-dégel, pour une longueur d'entaille correspondant à  $a/t = 0,2$  est présentée à la figure 4-24 (cette propriété n'a pas été étudiée pour les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+)). Contrairement à la résistance en compression, toutes les pierres montrent une diminution de la ténacité avec l'augmentation du nombre de cycles de gel-dégel.

Pour une taille de défaut initial constante, la résistance à la fissuration de toutes les pierres diminue avec un nombre croissant de cycles de gel-dégel. Avant la rupture, les pierres de Massangis et de Lens présentent des pertes de respectivement 50% et 40%. Pour ces pierres, il y a une diminution pendant les premiers cycles de gel-dégel avec une chute plus importante pour la pierre de Lens que pour la pierre de Massangis, puis il y a peu d'évolution jusqu'à 150 cycles à partir duquel la pierre de Massangis subit plus de perte que la pierre de Lens. Pour la pierre de Savonnières (SA-), la chute de la ténacité est de 25% avant la rupture. La pierre de Saint-Maximin présente la perte de la ténacité la plus faible avec une chute de 20%. La pierre de Migné présente la plus importante perte de ténacité avec 60% de chute en 30 cycles. Les pierres de Savonnières et de Saint-Maximin sont composées entre autre de pores dont le diamètre est supérieur à 10  $\mu\text{m}$  qui stoppent la propagation de la fissuration, cela implique des diminutions plus faibles de la ténacité. Alors que la pierre de Migné est composée essentiellement de pores fins compris entre 0,1 et 5  $\mu\text{m}$ , ce qui ne permet pas d'arrêter la fissuration, c'est pour cette raison que la chute de la ténacité est très importante.

La ténacité semble donc un indicateur pertinent pour caractériser l'endommagement des pierres avant la rupture.

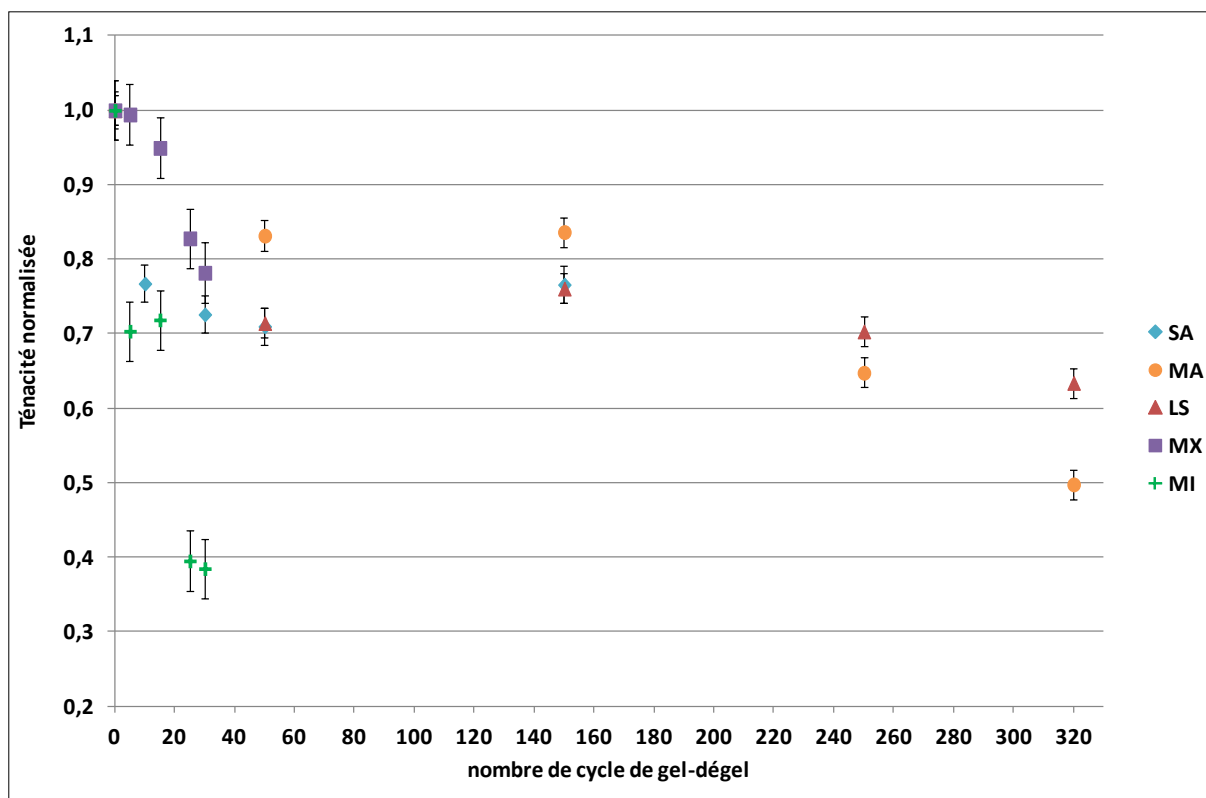


Figure 4-24 : Evolution relative de la ténacité en fonction du nombre de cycles de gel-dégel

L'annexe C présente pour toutes les pierres l'évolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture de l'entaille à chaque palier. Pour la pierre de Migné, l'ouverture de l'entaille augmente avec un nombre croissant de cycles de gel-dégel alors que le facteur d'intensité des contraintes critiques diminue. Cela montre que la pierre présente un comportement plus ductile suite à l'endommagement. Pour toutes les autres pierres, aucune tendance claire n'est observée.

## V. EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE

Sur les fragments de pierre obtenus après l'essai de compression uniaxiale cyclique, des analyses de porosimétrie au mercure et des observations de la microstructure par microscopie optique et microscopie électronique à balayage, sont réalisées.

### V.1. Distribution de la taille d'accès des pores

Les figures 4-25 à 4-30 illustrent l'évolution de la distribution de la taille d'accès des pores ainsi que l'évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille entre l'état initial et à la fin de l'altération. Pour la distribution de la taille de pores, une courbe représentative à l'état initial et à l'état final est présentée ; le pourcentage de pore par catégorie de taille représente la moyenne sur les trois échantillons analysés avant et après altération.

Pour la pierre de Massangis (Figure 4-25), la distribution de la taille d'accès des pores à 320 cycles présente des modifications par rapport à l'état initial. Le réseau poreux est toujours

hétérogène mais il y a un élargissement de la famille de pore centrée à  $0,4\ \mu\text{m}$  et la création de nouvelles familles de pores centrées à  $2,4\ \mu\text{m}$  et à  $4,9, 8,5, 13,6$  et  $21,7\ \mu\text{m}$  en proportion égale. Ce sont les pores les plus fins, c'est-à-dire les pores inférieurs à  $0,1\ \mu\text{m}$  et ceux compris entre  $0,1$  et  $1\ \mu\text{m}$ , qui subissent le plus de variation au cours des cycles de gel-dégel ; créant ainsi une quantité de pores supérieurs à  $5\ \mu\text{m}$  plus importante.

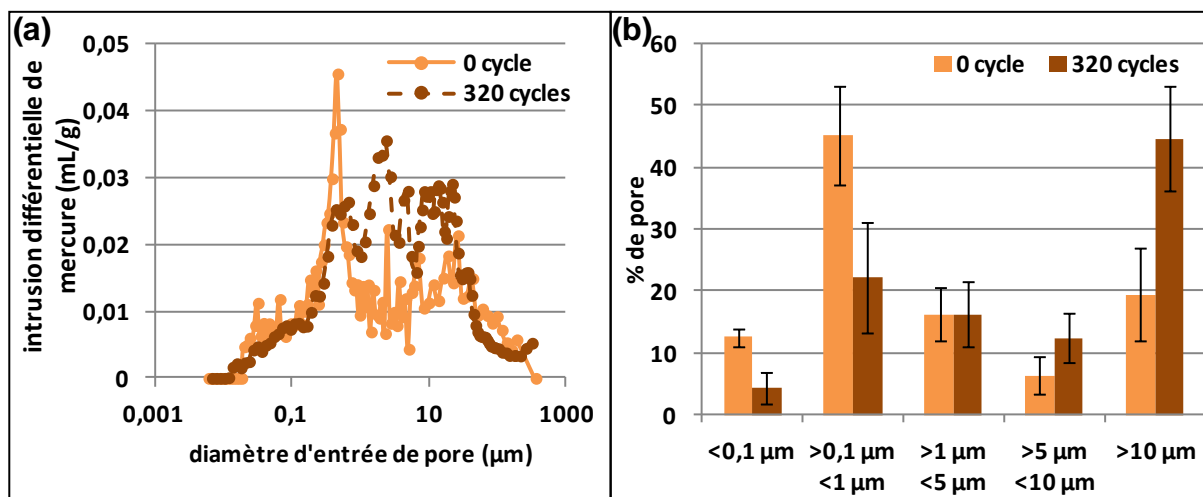


Figure 4-25 : Pour la pierre de Massangis (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération

Pour la pierre de Lens (Figure 4-26), la distribution de la taille d'accès des pores à 320 cycles présente peu de variation. Cependant, la bimodalité du réseau poreux est plus marquée par rapport à l'état initial, avec un élargissement du double pic et le décalage des deux familles de pores centrées à  $0,6$  et  $1,4\ \mu\text{m}$ . Ce sont les pores d'une taille comprise entre  $0,1$  et  $1\ \mu\text{m}$  qui sont le plus sensibles à l'action du gel augmentant ainsi la quantité de pores dont la taille est supérieure à  $1\ \mu\text{m}$ .

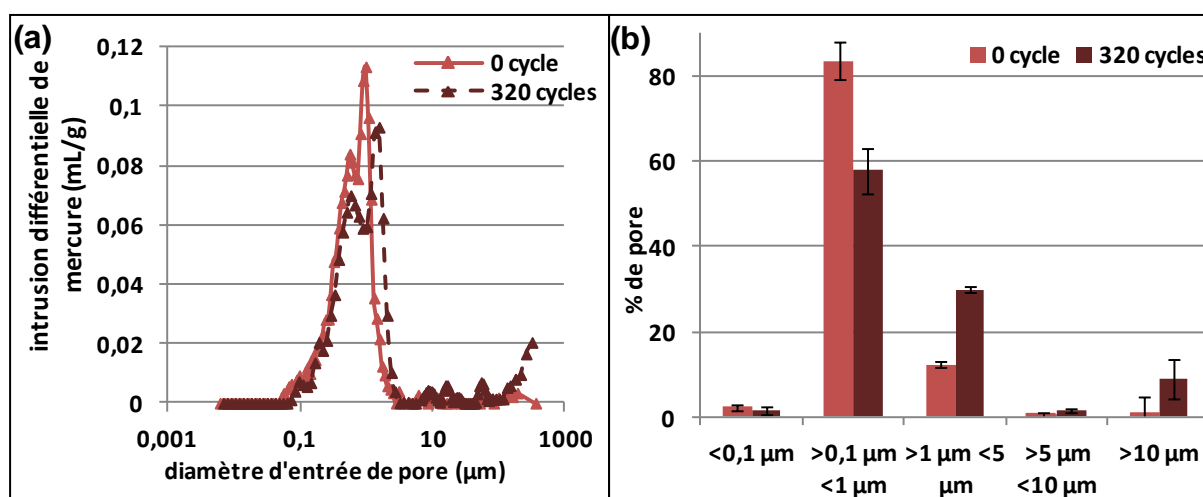


Figure 4-26 : Pour la pierre de Lens (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération

La distribution de la taille d'accès des pores de la pierre de Migné (Figure 4-27) avant rupture montre un élargissement de la famille de pores initialement à 0,9  $\mu\text{m}$  et la création d'une nouvelle famille de pores centrée à 1,7  $\mu\text{m}$ . Cette famille de pores supplémentaire provoque l'augmentation de la quantité de pores dont la taille est comprise entre 1 et 5  $\mu\text{m}$  et une diminution de la quantité de pores de taille comprise entre 0,1 et 1  $\mu\text{m}$ . Ce sont les pores les plus fins qui subissent des modifications au cours de l'altération et la macroporosité ne semble pas jouer de rôle.

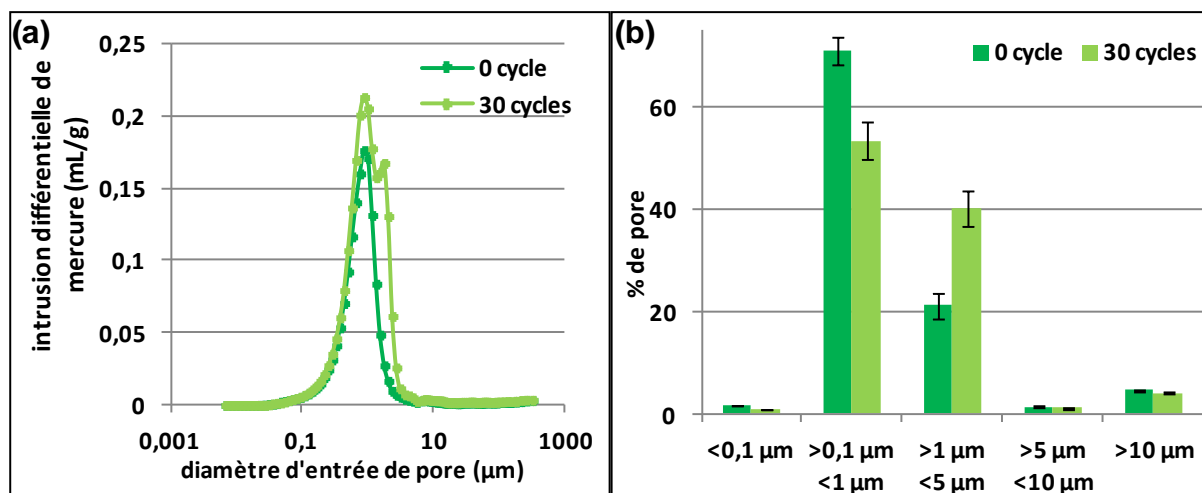


Figure 4-27 : Pour la pierre de Migné (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération

Pour la pierre de Savonnières, avec la saturation longue durée (SA+), la distribution de la taille d'accès des pores (Figure 4-28) avant rupture montre un léger décalage du pic de la première famille de pores qui est centré sur 0,3  $\mu\text{m}$  en fin d'altération. Le pic de la deuxième famille de pores s'est élargi en fin d'altération mais sa hauteur n'est pas modifiée. La quantité de pores dont la taille est inférieure à 5  $\mu\text{m}$  diminue au cours de l'altération et donc la quantité de macropores augmente.

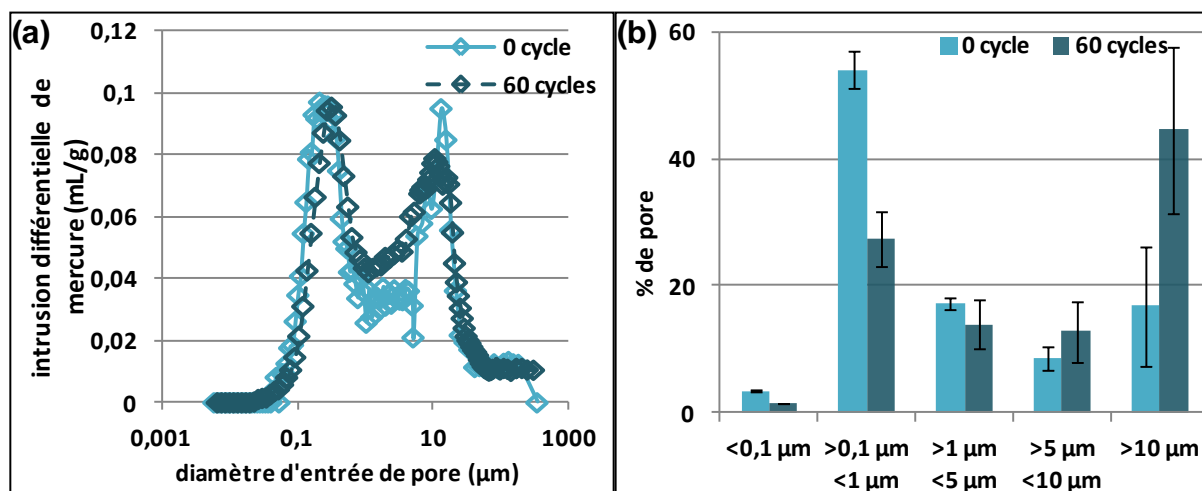


Figure 4-28 : Pour la pierre de Savonnières SA+ (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération



Pour la pierre de Savonnières avec la saturation naturelle (SA-), la distribution de la taille d'accès des pores (Figure 4-29) à 150 cycles de gel-dégel présente peu de variation. La taille de la première famille de pores augmente légèrement jusqu'à 0,3  $\mu\text{m}$  et la quantité de pores diminue. La taille de la seconde famille de pores augmente de façon significative jusqu'à 16,6  $\mu\text{m}$ . La quantité de pores dont la taille est supérieure à 5  $\mu\text{m}$  augmente. De nouveau, ce sont les pores les plus petits qui sont le plus touchés lors de l'altération par le gel. Les variations de la quantité de pores de ces échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-) à 150 cycles sont très proches de celles des échantillons de la saturation longue durée (SA+) à 60 cycles de gel-dégel.

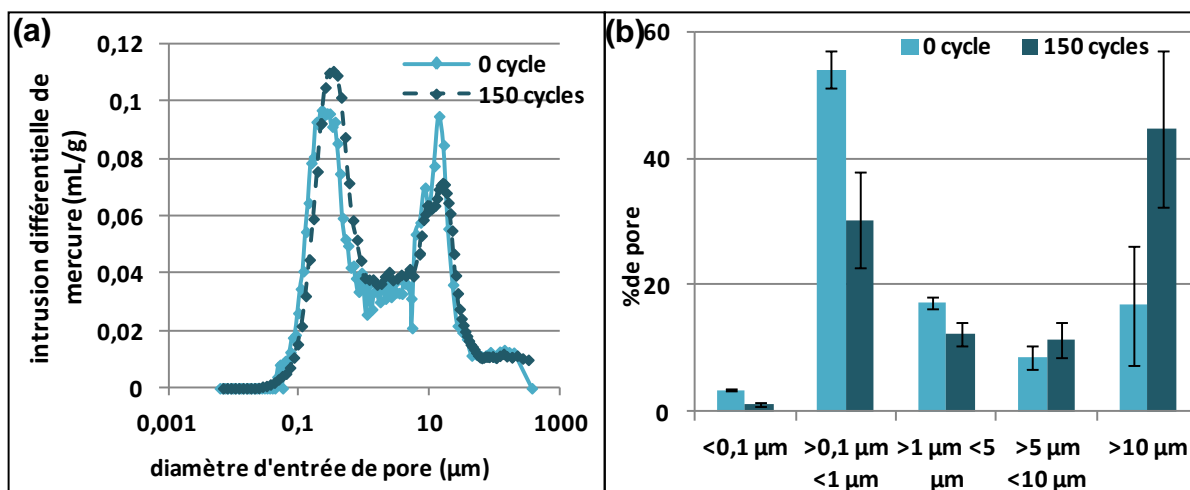


Figure 4-29 : Pour la pierre de Savonnières SA- (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération

Pour la pierre de Saint-Maximin, la distribution de la taille d'accès des pores (Figure 4-30) avant rupture présente aussi peu de variation. La taille de la première famille de pores reste centrée sur 0,3  $\mu\text{m}$  et la proportion de pores diminue. La taille de la seconde famille de pores reste aussi centrée sur 22,5  $\mu\text{m}$  mais la quantité de pores dont la taille est supérieure à 10  $\mu\text{m}$  augmente. De la même façon que pour les autres pierres, ce sont les pores les plus petits qui sont le plus touchés lors de l'altération pas le gel.

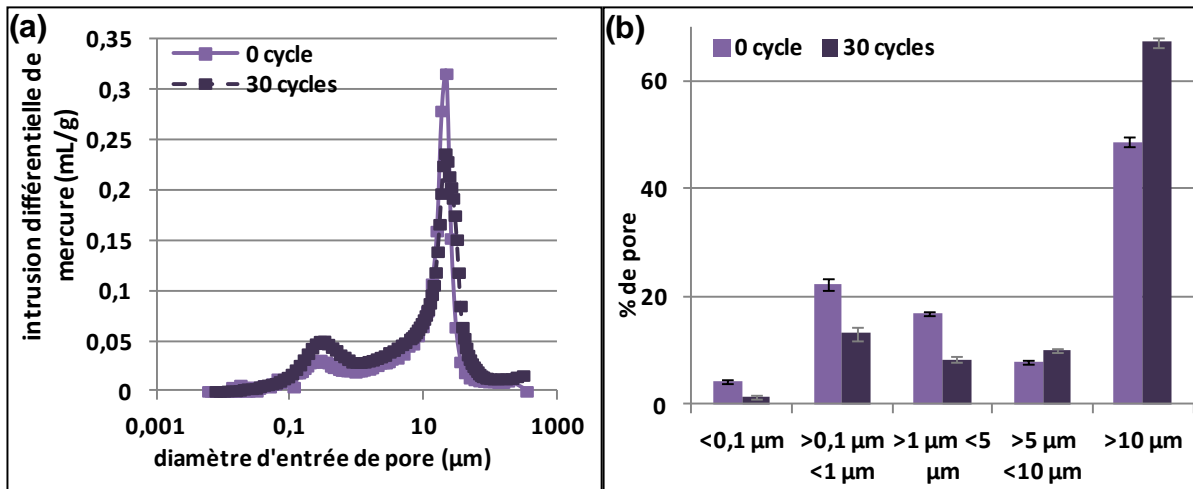


Figure 4-30 : Pour la pierre de Saint-Maximin (a) évolution de la distribution de la taille d'accès des pores et (b) évolution du pourcentage de pores par catégorie de taille avant et après altération

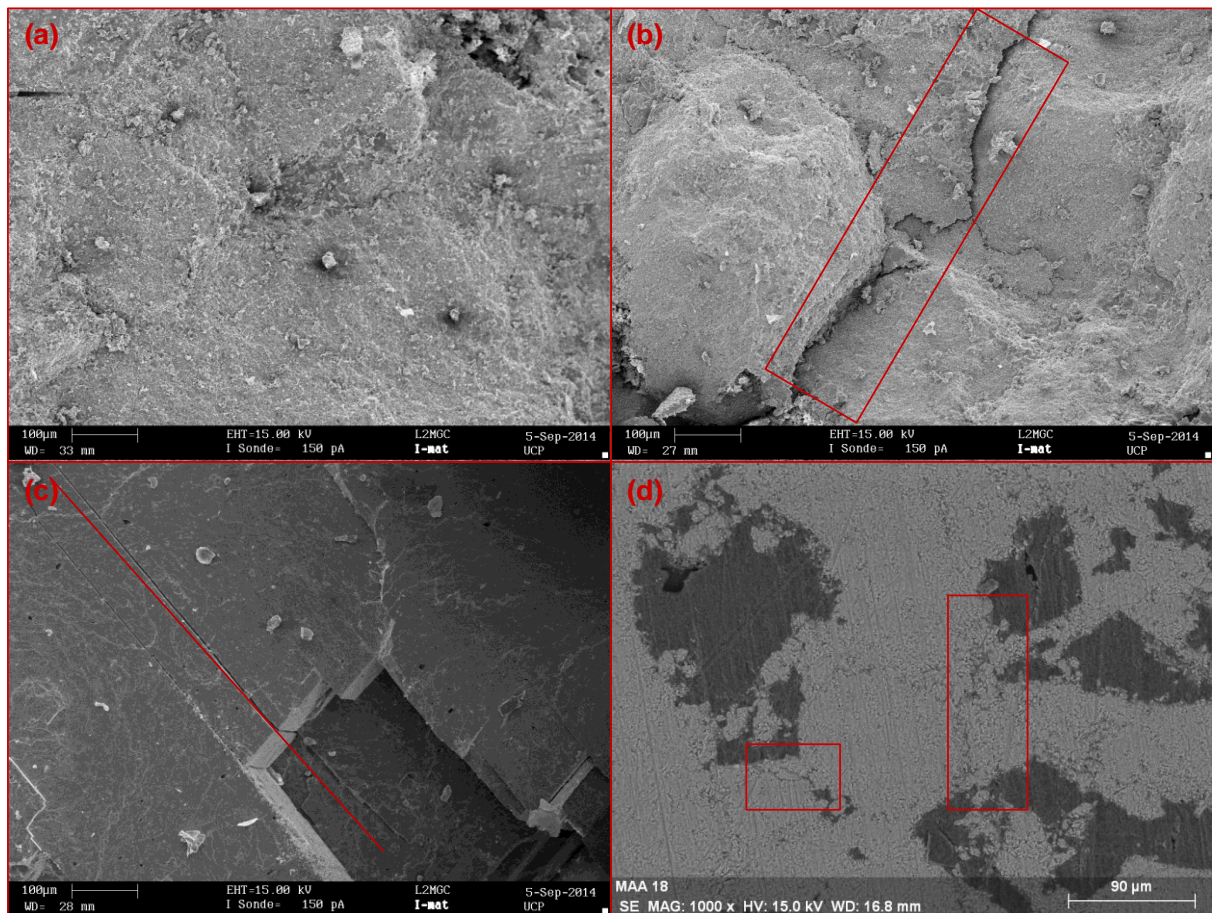
Lors d'une altération par les cycles de gel-dégel, les pores les plus fins, dont la taille est inférieure à 5  $\mu\text{m}$ , sont les plus sensibles à l'altération. Il doit y avoir des coalescences de pores qui créent de la macroporosité, de taille supérieure à 5  $\mu\text{m}$ . Cependant, ces modifications de taille de pore ne sont pas suffisamment significatives pour provoquer des variations de la porosité totale.

## V.2. Observations microscopiques de l'endommagement

Pour chaque pierre, à la fin des cycles de gel-dégel, trois fragments sont analysés au microscope électronique à balayage (MEB) et deux lames minces sont analysées au microscope optique. Ces observations sont comparées à l'état initial. Le choix des zones observées sur les fragments et les lames minces se fait en fonction de la dégradation de la microstructure. Ces observations sont qualitatives.

Les figures 4-31 à 4-35 présentent quatre images numériques obtenues au MEB et/ou au microscope optique sélectionnées à titre d'exemple : une image avant altération et trois images après altération.

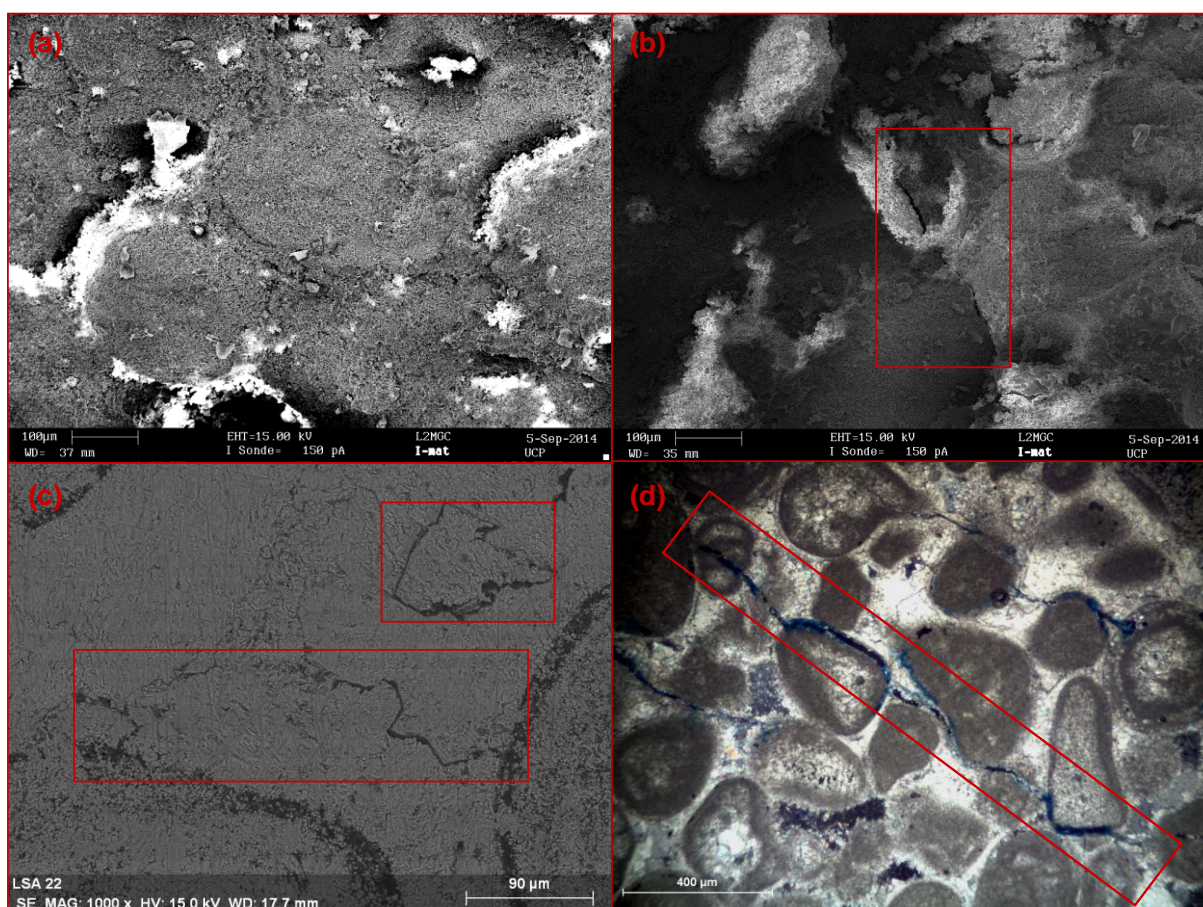
L'observation de la microstructure au MEB de fragments de pierre de Massangis avant et après altération (320 cycles de gel-dégel) montre peu d'évolution dans la microstructure (Figure 4-31). Les quelques fissures observées se situent dans la matrice micritique et sont intergranulaires (Figure 4-31 (b) et (d)). Les inclusions, comme des grains de quartz, peuvent subir des fissures intragranulaires (Figure 4-31 (c)) ou transgranulaires. Le peu de dommage observé dans la microstructure explique la faible dégradation des propriétés mécaniques et physiques malgré le nombre de cycles de gel-dégel important.



**Figure 4-31 : Endommagement microscopique de la pierre de Massangis (a)-(b)-(c) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b)-(c) échantillon altéré (320 cycles) ; (d) image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré (320 cycles)**

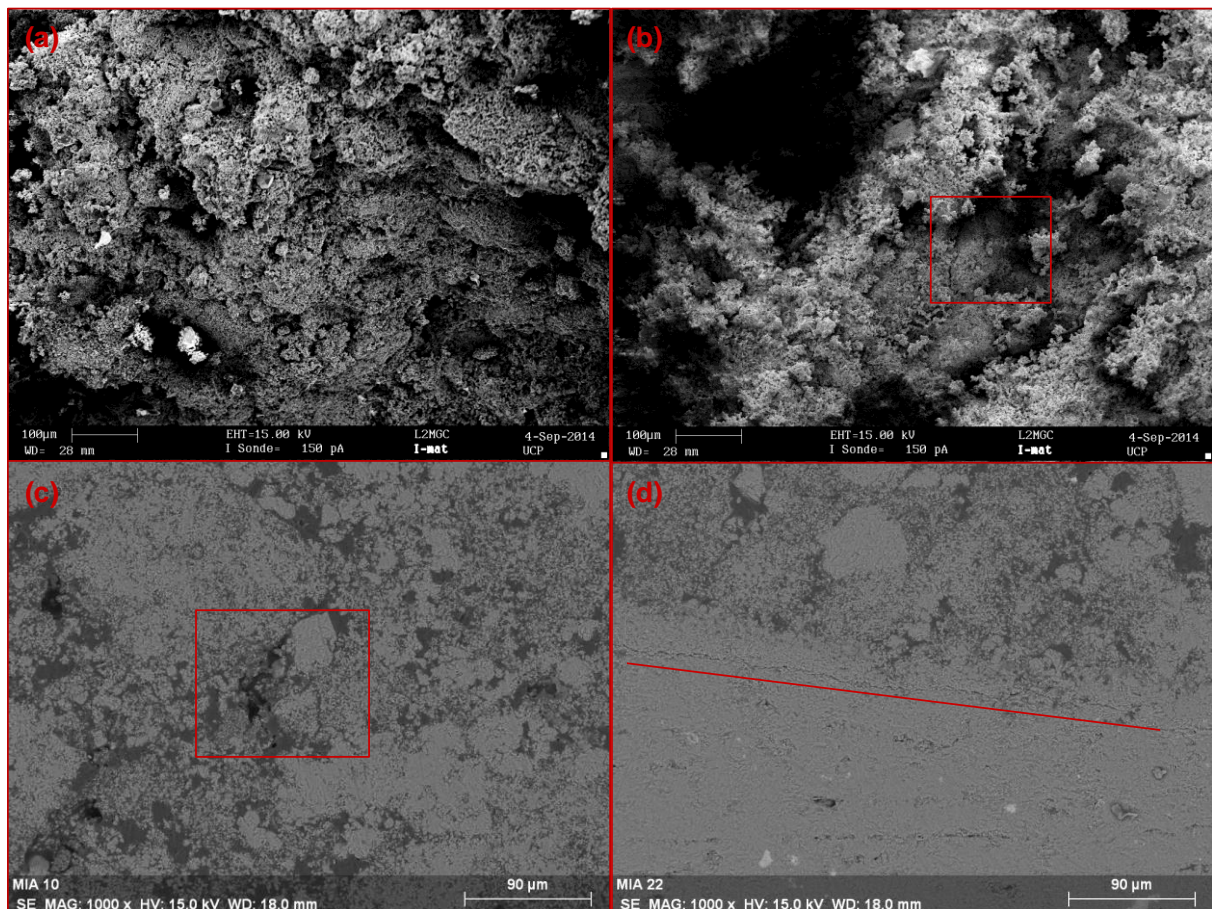


La comparaison de la microstructure avant et après altération (320 cycles de gel-dégel) pour la pierre de Lens (Figure 4-32), révèle la présence de dommages. Des microfissures intergranulaires sont observées dans la matrice micritique (Figure 4-32 (b) et (c)). Ces fissures contournent les grains grâce à la porosité qui se situe entre les oolithes et la matrice (Figure 4-32 (d)). La décohésion entre les oolithes et la matrice est importante. Un chemin de fissuration (Figure 4-32 (c)) se distingue bien entre les oolithes au niveau de la porosité et dans la matrice. D'autres fissures partent des grains et forment une « étoile » autour de ceux-ci. Ces fissures sont dues à la localisation particulière de la porosité de cette pierre.



**Figure 4-32 : Endommagement microscopique de la pierre de Lens (a)-(b) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b) échantillon altéré (320 cycles) ; (c) Image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré (320 cycles) ; (d) Image Microscopie Optique, Grandissement X 100, lumière polarisée, échantillon altéré (320 cycles)**

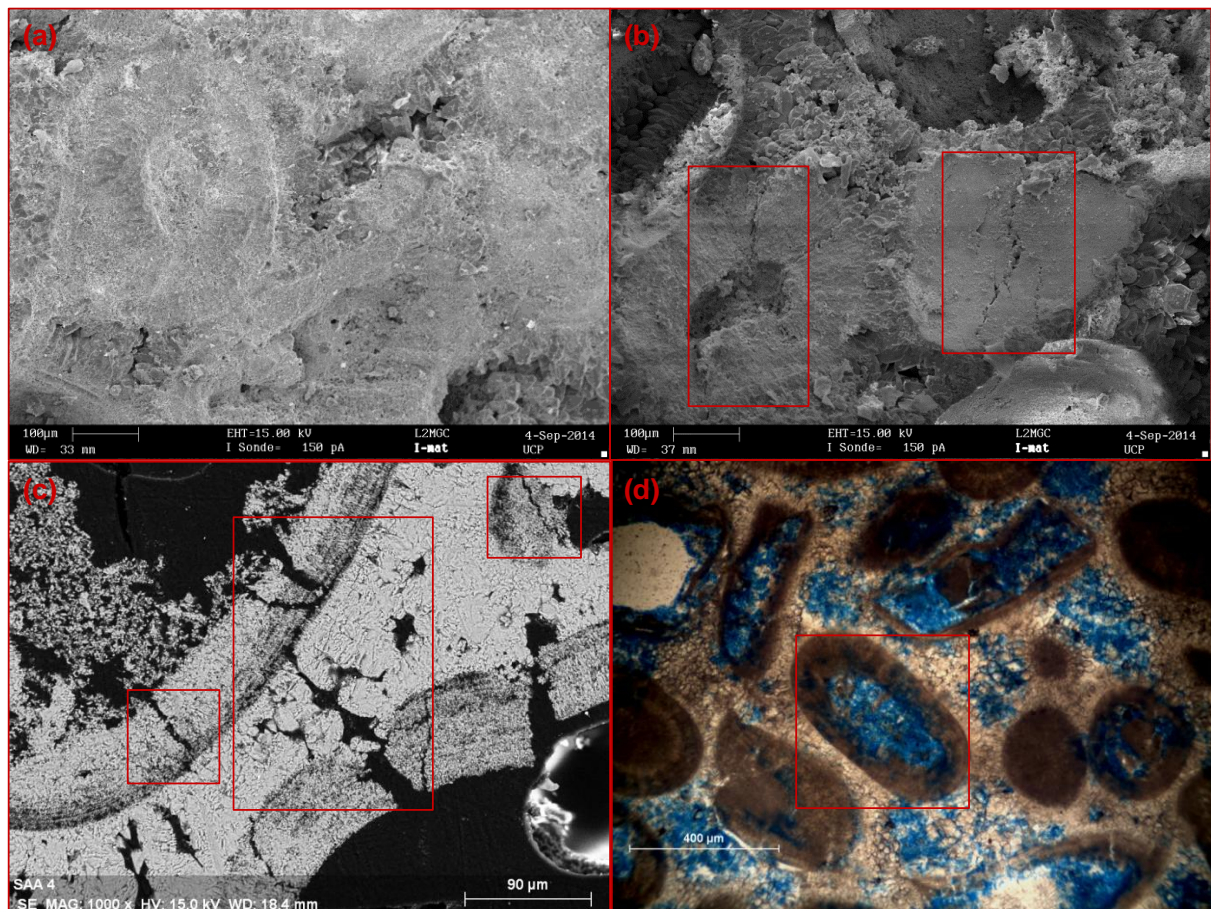
L'observation microscopique de la pierre de Migné (Figure 4-33) avant et après altération (30 cycles de gel-dégel) montre la formation de microfissures au sein du matériau. La majorité des fissures sont intergranulaires (Figure 4-33 (b) et (c)). Elles se situent dans de larges zones de matrice micritique (Figure 4-33 (d)). Elles provoquent une décohésion de la matrice micritique. D'autres fissures intergranulaires entre les grains et la matrice micritique sont observées.



**Figure 4-33 : Endommagement microscopique de la pierre de Migné (a)-(b) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b) échantillon altéré (30 cycles) ; (c)-(d) Image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré (30 cycles)**

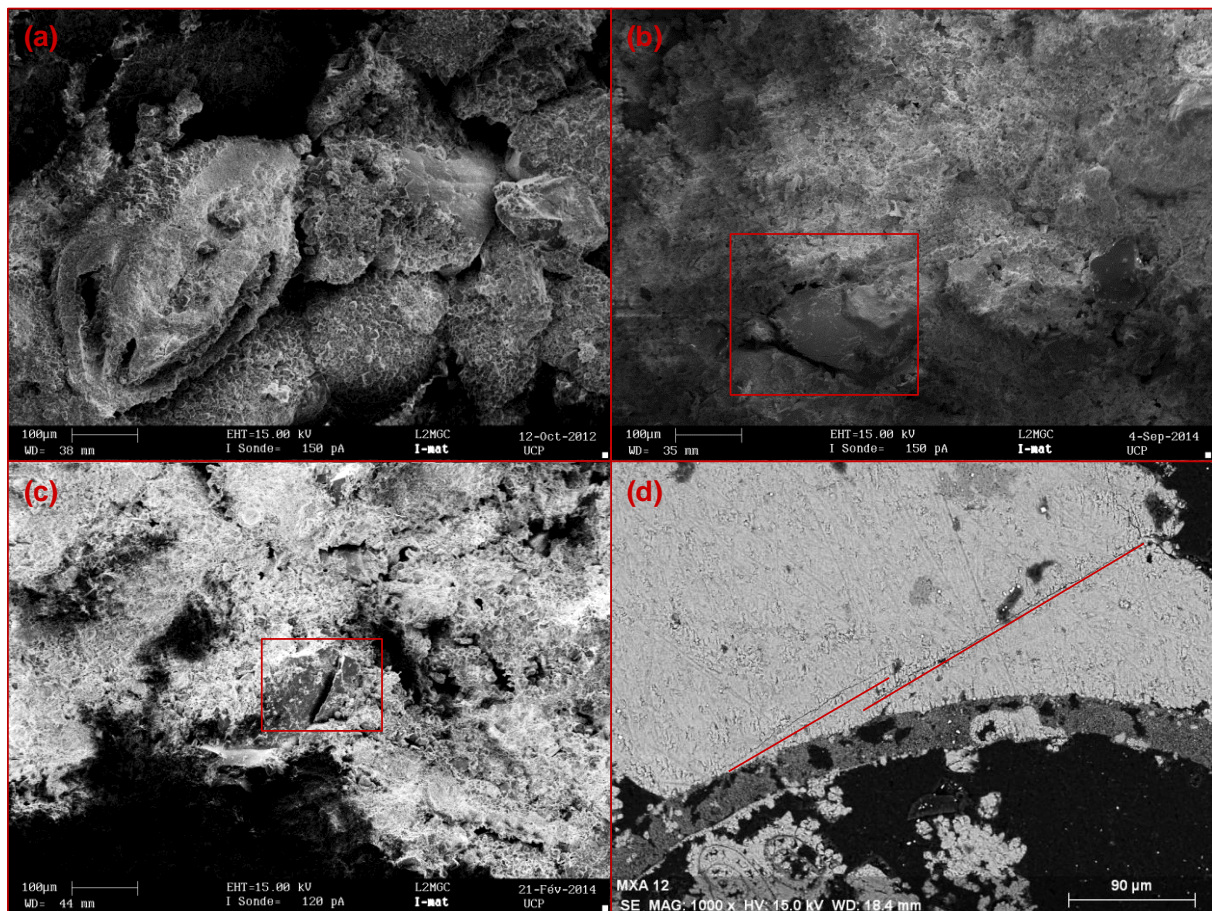


La microstructure de la pierre de Savonnières (Figure 4-34) pour les deux saturations étudiées avant et après altération (60 cycles de gel-dégel pour la saturation longue durée SA+ et 150 cycles de gel-dégel pour la saturation naturelle SA-) présente des dommages similaires. Des fissurations intergranulaires dans le ciment microsparitique sont observées (Figure 4-34 (c)) ainsi qu'une possible coalescence de pores, qui peut expliquer l'augmentation de la porosité totale dans le cas de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+). Quelques oolithes présentent aussi des fissures intragranulaires (Figure 4-34 (b) et (d)). Si ces oolithes sont à l'origine creuses et qu'elles ont été remplies par l'eau, alors les fissures peuvent être dues à l'expansion volumique de la glace.



**Figure 4-34 : Endommagement microscopique de la pierre de Savonnières (a)-(b) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b) échantillon altéré SA+ (60 cycles) ; (c) Image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré SA- (150 cycles) ; (d) Image Microscopie Optique, Grandissement X 100, lumière naturelle, échantillon altéré SA+ (60 cycles)**

L'observation de la microstructure de la pierre de Saint-Maximin (Figure 4-35) avant et à la fin de l'altération (30 cycles de gel-dégel) montre la formation de microfissures au sein du matériau (Figure 4-35 (d)). Certaines fissures observées dans des grains de quartz sont transgranulaires (Figure 4-35 (c)). D'autres fissures sont intergranulaires (Figure 4-35 (b)). Elles se situent entre les grains et la matrice micritique ou dans des zones matrice plus larges. Elles provoquent une décohésion de la matière, ce qui est cohérent avec la faible augmentation de la porosité totale.



**Figure 4-35 : Endommagement microscopique de la pierre de Saint-Maximin (a)-(b)-(c) Images MEB (électron secondaire), Grandissement X500 : (a) échantillon sain, (b)-(c) échantillon altéré (30 cycles) ; (d) Image MEB (électron rétrodiffusé), Grandissement X1000, échantillon altéré (30 cycles)**

## VI. SYNTHÈSE ET DISCUSSION

### VI.1. Synthèse de l'endommagement des pierres

Cette étude a permis de comparer le comportement hydromécanique de cinq pierres calcaires possédant des caractéristiques physiques et mécaniques diverses lors d'un

vieillissement accéléré par des cycles de gel-dégel. Ces pierres calcaires sont issues de carrières françaises encore en activité et peuvent être utilisées pour le remplacement de pierres dans les Monuments Historiques.

Les pierres calcaires ont subi un vieillissement artificiel par des cycles de gel-dégel. Comme ces pierres proviennent de différentes régions de France, et que le but est de les comparer entre elles, l'altération par les cycles de gel-dégel est réalisée en adaptant la norme NF EN 12371. La saturation choisie pour cette étude est une saturation naturelle. Dans ce contexte, l'eau occupe la porosité librement accessible à l'eau par imbibition capillaire et une partie du réseau poreux est occupée par l'air. Cette saturation est la saturation maximale atteinte dans les conditions naturelles par les pierres, exposées sur les façades des édifices. Les propriétés microstructurales et mécaniques sont caractérisées au cours et jusqu'à la fin de l'altération.

Le tableau 4-2 présente l'évolution des différentes propriétés physiques et mécaniques à la suite d'un vieillissement artificiel par des cycles de gel-dégel.

**Tableau 4-2 : Evolution des propriétés physiques et mécaniques des pierres calcaires après les cycles de gel-dégel**

« → » : constant ; « ↑ » : augmentation ; « ↓ » : diminution

Pierre	Nom usuel	Massangis	Lens	Migné	Savonnières		Saint-Maximin
	Code	MA	LS	MI	SA-	SA+	MX
Vitesse des ondes P		↓	↓	↓↓	↓	↓	↓
Module d'Young dynamique		↓	↓	↓↓	↓	↓	↓
Indice de continuité		↓↓	↓↓	↓	↓	↓	↓
Module d'Young statique		↓	→	↓↓	↓	↓	↓↓
Résistance à la compression		<b>variable</b>	→	↓↓	↓↓	→	↓
Ténacité		↓↓	↓↓	↓↓↓	-	↓	↓
Porosité totale		→	→	↑	→	↑	↑
Pourcentage de pores < 0,1 µm		↓	↓	↓	↓	↓	↓
Pourcentage de pores entre 0,1 et 5 µm		↓	↓	↑	↓	↓	↓
Pourcentage de pores > 5 µm		↑	↑	↓	↑	↑	↑
Fissuration		↑	↑	↑↑↑	↑↑↑	↑↑	↑↑



Les cinq pierres calcaires étudiées sont toutes endommagées par les cycles de gel-dégel au niveau de leur microstructure et parfois au niveau macroscopique. Cependant, l'amplitude et la cinétique de dégradation varient selon les pierres. En effet, à nombre de cycles de gel-dégel équivalent, le taux de dégradation des pierres est différent. Les pierres de Migné et de Saint-Maximin et les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+) sont moins résistantes aux cycles de gel-dégel que les pierres de Massangis et de Lens et les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-).

L'endommagement macroscopique des pierres calcaires est évalué par des observations macroscopiques, ainsi que par le suivi de différentes propriétés : la vitesse des ondes P (le module d'Young dynamique et l'indice de continuité), la porosité totale à l'eau sous vide, le module d'Young statique, la résistance à la compression et la ténacité.

Les observations macroscopiques confirment la présence de fissures surtout pour les pierres de Migné, de Saint-Maximin et les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+). Les variations de la vitesse des ondes P et du module d'Young dynamique, ainsi que de la ténacité montrent pour chaque pierre une diminution de ces propriétés. La diminution des ondes P caractérise l'augmentation de vides dans le matériau, et notamment le développement de microfissures non visible. Ces dégradations sont liées à des pertes de cohésion entre les grains et surtout à la présence de fissures dans la microstructure. La porosité totale ne montre pas de variation flagrante pour toutes les pierres. Cependant, lorsqu'une dilatation pendant les phases de gel est observée, la porosité totale présente une légère augmentation.

Le module d'Young statique et la résistance à la compression sont peu modifiés par les cycles de gel-dégel. La résistance en compression semble un indicateur peu pertinent de l'endommagement global car les fissures se referment pendant l'essai de compression et cet essai est sensible à la répartition spatiale des microfissures. Ainsi, le module d'Young statique et la résistance à la compression ne permettent pas de mettre en évidence l'évolution de la structure du matériau et donc de sa dégradation, surtout pour la pierre de Lens.

L'endommagement microscopique est évalué par la distribution de la taille d'accès des pores et par des observations de la microstructure au microscope optique et au MEB.

L'endommagement macroscopique observé avant la rupture comme la dégradation de différentes propriétés physiques et mécaniques, a une origine microstructurale avec la formation de microfissures. Les observations de la microstructure des échantillons altérés, comparées à celles des échantillons sains, confirment la formation de microfissures. Elles se situent le plus souvent dans la matrice ou au niveau des joints de grain. Cela crée une décohésion soit de la matrice soit entre les grains et le ciment.

Ces microfissures augmentent la quantité de vides au sein de la structure. Cependant, l'augmentation de la porosité totale n'est pas observée pour toutes les pierres alors que les mesures de la vitesse des ondes P confirment la dégradation globale de la microstructure. La distribution de la taille d'accès des pores mesurée avant et après l'altération met en évidence des modifications de la microstructure, avec une diminution de la quantité de pores inférieurs à 5  $\mu\text{m}$  et donc une augmentation de la macroporosité. Les cycles de gel-dégel modifient donc bien la microstructure.

La pierre de Massangis peut être considérée comme la pierre la plus résistante des cinq pierres étudiées au vu de sa faible porosité totale et ses performances mécaniques à l'état

sain. Cette pierre supporte un nombre important de cycles sans atteindre la rupture : 320 cycles de gel-dégel. Pendant les cycles de gel-dégel, l'expansion du volume (dilatance) lors de la congélation n'est pas enregistrée. La phase de transformation de l'eau en glace est courte à cause de la faible teneur en eau de cette pierre. Les dommages devraient donc être moins importants pour cette pierre. Cependant, et malgré un coefficient de saturation faible ( $40,8 \pm 3,4 \%$ ), une légère diminution de la vitesse des ondes P et des modules d'Young dynamiques et statiques est observée avec respectivement des chutes de valeur de 10%, 12% et 8%. La ténacité, quant à elle, diminue fortement avec une perte de 50%. La résistance à la compression est variable au cours de l'altération et considérée comme quasiment constante. La porosité totale montre aussi peu de variation alors que, la proportion de pores dont la taille est inférieure à  $1 \mu\text{m}$  diminue et la quantité de pores dont la taille est supérieure à  $5 \mu\text{m}$ , augmente. La microstructure subit des dommages, visibles par les observations microscopiques mais ceux-ci ne sont pas suffisants pour créer un endommagement macroscopique. La dégradation de cette pierre est relativement faible et se fait par étape. Les premiers cycles de gel-dégel endommagent la structure, ensuite l'endommagement reste stable pendant environ 200 cycles, puis la dégradation reprend. L'endommagement par les cycles de gel-dégel n'est pas régulier au cours du temps. La dégradation de cette pierre intervient à partir d'un grand nombre de cycle, peut-être à cause de la fatigue thermique. Donc en l'absence de phénomène de dilatation, l'endommagement semble avoir une origine thermique qui intervient après un nombre de cycles importants.

La pierre de Lens est considérée, au vu de ses propriétés à l'état sain, comme une pierre de résistance intermédiaire et de porosité moyenne. Cependant, elle supporte aussi un grand nombre de cycles sans atteindre la rupture : 320 cycles de gel-dégel. Lors des cycles de gel-dégel, aucune dilatation n'est enregistrée lors de la congélation. Comme pour la pierre de Massangis, l'endommagement de cette pierre devrait être faible. Le coefficient de saturation de la pierre de Lens est très élevé ( $89,4 \pm 3,9 \%$ ) mais les variations de ces différentes propriétés élastiques sont relativement faibles, avec une chute de 10% pour la vitesse des ondes P et de 20% pour le module d'Young dynamique. Par contre, la ténacité diminue fortement avec une perte de 40%. Le module d'Young statique et la résistance à la compression ne montrent pas de variation et sont considérés constants au cours de l'altération. La porosité totale peut aussi être considérée comme constante au cours de l'altération. Cependant, la proportion de pores inférieurs à  $1 \mu\text{m}$  diminue et la quantité de pores supérieurs à  $1 \mu\text{m}$  augmente. Les observations microscopiques montrent la formation de microfissures intergranulaires mais ces dommages ne sont pas suffisamment importants pour avoir un dommage macroscopique. Comme pour la pierre de Massangis, la dégradation de la pierre de Lens est faible et l'endommagement par les cycles de gel-dégel n'est pas régulier au cours du temps. La fatigue du matériau intervient après un grand nombre de cycles de gel-dégel (ici, 200 cycles). Comme pour la pierre de Massangis, en l'absence de dilatation pendant les phases de gel, l'endommagement est d'origine thermique.

La pierre de Savonnières est l'une des trois pierres de faible résistance et de porosité élevée parmi les calcaires sélectionnés. Deux saturations différentes sont étudiées pour cette pierre (SA- :  $59,1 \pm 4,1 \%$  et SA+ :  $73,2 \pm 5,2 \%$ ). Le comportement thermique de cette pierre montre une expansion du volume lors de la transformation de l'eau en glace. L'eau non gelée migre pendant la phase de congélation. Les dommages peuvent donc être plus importants. Cependant, les résultats obtenus montrent deux comportements différents face à l'altération par des cycles de gel-dégel. Les échantillons de la saturation naturelle (SA-)

supportent 150 cycles sans présenter de rupture. Il semble donc qu'ils aient une bonne résistance au gel. Les échantillons de la saturation longue durée (SA+) ne supportent que 60 cycles de gel-dégel avant rupture. Ils sont donc sensibles au gel. La dégradation de cette pierre est régulière au cours du temps quelque soit son état de saturation.

Pour les échantillons de la saturation naturelle (SA-), une diminution de la vitesse des ondes P et des modules d'Young dynamiques et statiques est observée avec respectivement des pertes de 10%, 12% et 8%. La ténacité diminue de 25%. La résistance à la compression est restée quasiment constantes au cours des cycles de gel-dégel. La porosité totale ne varie pas au cours de l'altération alors que la proportion de pores inférieurs à 5  $\mu\text{m}$  diminue et la quantité de macropores supérieurs à 5  $\mu\text{m}$  augmente. Les observations microscopiques montrent la formation de microfissures intergranulaires. La microstructure est endommagée par les cycles de gel-dégel mais cela n'est pas suffisant pour mener à un endommagement macroscopique.

Pour les échantillons de la saturation longue durée (SA+), les résultats montrent une diminution avant rupture de 10% de la vitesse des ondes P, de 15% des modules d'Young dynamiques et statiques, de 30% de la résistance à la compression et une augmentation de la porosité totale de 10% au cours des cycles de gel-dégel. La proportion de pores capillaires dont la taille est inférieure à 5  $\mu\text{m}$ , diminue aussi et la quantité de pores dont la taille est supérieure à 5  $\mu\text{m}$ , augmente. L'endommagement de la structure est confirmé par les observations microscopiques avec des fissurations intergranulaires, des oolithes fissurées. Cela mène à des dommages macroscopiques avec des écaillages, des fissurations et des échantillons cassés selon un litage.

La pierre de Migné est aussi l'une des trois pierres de faible résistance et de forte porosité parmi les calcaires de cette étude. Cette pierre, dont le coefficient de saturation est très élevé ( $95,3 \pm 1,3 \%$ ), est sensible à l'action du gel avec une dégradation rapide en 30 cycles de gel-dégel menant à la rupture. Lors des cycles de gel-dégel, une forte expansion du volume lors de la transformation de l'eau en glace est enregistrée. L'eau non gelée migre pendant la phase de congélation. L'expansion résiduelle après dégel indique la formation et l'ouverture de microfissures. Les résultats montrent une diminution de 25% pour la vitesse des ondes P, de 40% pour le module d'Young dynamique, de 30% pour le module d'Young statique, de 30% pour la résistance à la compression et de 60% pour la ténacité et une augmentation de 5% pour la porosité au cours des cycles de gel-dégel. La proportion de pores dont la taille est inférieure à 1  $\mu\text{m}$  diminue et la quantité de pores dont la taille est comprise entre 1 et 5  $\mu\text{m}$  augmente. Les observations microscopiques montrent la formation de microfissures transgranulaires dans la structure. Les dommages de la microstructure sont tels que des dommages macroscopiques avec la formation de fissures sont observés. Cette pierre est donc très sensible au gel. Les premiers cycles de gel-dégel mènent à une forte diminution des propriétés élastiques et mécaniques, puis l'endommagement se fait de façon régulière jusqu'à la fin de l'altération.

La pierre de Saint-Maximin est la troisième pierre de faible résistance et de porosité élevée parmi les calcaires sélectionnés. Cette pierre est aussi sensible à l'action du gel avec une dégradation rapide en 30 cycles de gel-dégel. Le comportement thermique de cette pierre montre une dilatance pendant la transformation de l'eau en glace. Cela indique la formation et l'ouverture de microfissures. Son coefficient de saturation est aussi élevé ( $80,8 \pm 0,3 \%$ ). Une diminution des propriétés élastiques et mécaniques est observée au cours de l'altération avec une chute de 10% pour la vitesse des ondes P, de 36% pour le module d'Young

dynamique, de 22% pour le module d'Young statique, de 4% pour la résistance à la compression et de 22% pour la ténacité. Une augmentation de la porosité de 2% est observée au cours des cycles de gel-dégel. La proportion de pores capillaires de taille inférieure à 5  $\mu\text{m}$  diminue et la quantité de macropores de taille supérieure à 5  $\mu\text{m}$  augmente. L'endommagement de la structure est confirmé par les observations microscopiques avec la formation de fissures intergranulaires et mène à des dommages macroscopiques avec des écaillages et des échantillons cassés selon un litage. La dégradation de cette pierre est régulière au cours du temps.

Ces travaux permettent aussi de mettre en évidence les indicateurs de durabilité les plus fiables grâce au suivi de l'endommagement. La vitesse des ondes P et donc le module d'Young dynamique et la ténacité  $K_{IC}$  sont les plus sensibles à l'endommagement, alors que la résistance à la compression est très variable et que la porosité totale semble peu être affectée par le gel ou est dépendante des dommages macroscopiques. La signification de l'évolution de la résistance à la compression est plus difficile à définir car l'endommagement des échantillons peut être hétérogène ou juste superficiel. L'augmentation de la porosité au cours des cycles de gel-dégel est une conséquence de l'ouverture et de l'évolution des fissures, mais, comme le volume de vide associé à une microfissure est très faible (Marco Castaño, 2010), la porosité totale n'augmente pas de façon significative.

La vitesse des ondes P et la ténacité semblent donc les indicateurs les plus fiables pour mettre en évidence la dégradation de la structure de la pierre. La ténacité semble un indicateur du comportement à long terme. Mais, la mesure de la vitesse des ondes P peut être considérée comme le meilleur indicateur de durabilité, car il s'agit d'une technique d'analyse non destructive.

## **VI.2. Relations entre microstructure et sensibilité aux cycles de gel-dégel**

La durabilité des pierres naturelles contre la fissuration liée à la cristallisation de la glace lors des cycles de gel-dégel est dépendante de la phase solide et du volume de pores de ces pierres. La phase solide est déterminée par sa structure et la solidarisation des minéraux. Elle contrôle la résistance contre le développement de contraintes dans l'espace poreux. L'espace poreux, quant à lui, de par la taille, la forme et l'interconnexion des pores, contrôle la quantité et la répartition de l'eau au sein du matériau et donc la possibilité de la transformation de l'eau en glace.

Les différences de comportement face à l'action des cycles de gel-dégel observées pour les cinq calcaires permettent de comparer différentes propriétés et de rendre compte de l'importance d'une propriété par rapport à une autre dans la sensibilité au gel de ces pierres. Les pierres calcaires sélectionnées montrent une large gamme de porosité totale et des réseaux poreux variés. Un réseau poreux bimodal ou hétérogène induit une porosité piégée importante et un coefficient de saturation faible alors qu'un réseau poreux unimodal mène à une faible porosité piégée et un coefficient de saturation élevé (Bellanger, 1993 ; Prick, 1997). La proportion de porosité piégée par rapport à la porosité accessible à l'eau doit rendre les pierres moins sensibles au gel, en dissipant les différents types de pression ou en permettant à la glace de s'extruder. Ainsi, pour Bellanger (1993), une pierre contenant un réseau poreux bimodal ou hétérogène doit être résistante à l'action du gel et une pierre avec

un réseau poreux unimodal est sensible au gel. A l'inverse, pour Prick (1997), un réseau poreux bimodal et la présence de macroporosité favorisent la migration de l'eau non gelée au cours de la transformation de l'eau en glace, augmentant ainsi les pressions au sein de la pierre et donc les dommages. Un réseau poreux bimodal, dans ce cas, rend les pierres sensibles au gel. Le coefficient de saturation est dépendant du réseau poreux et met en évidence la quantité d'eau présente au sein du matériau. La perméabilité est aussi dépendante de la microstructure et rend compte de la capacité de la pierre à se laisser traverser par un fluide, c'est un paramètre important pour la migration de l'eau non gelée. La pierre de Massangis possède un réseau hétérogène et une faible porosité totale menant à un coefficient de saturation faible et une perméabilité faible (Figure 4-36). Cette pierre résiste à un grand nombre de cycles de gel-dégel. La faible perméabilité de cette pierre limite la migration de l'eau lors des phases de transformation d'eau en glace, ce qui peut limiter les dégradations liées au gel. Le réseau hétérogène, la proportion importante de porosité piégée et le faible coefficient de saturation protègent donc la pierre de l'action du gel.

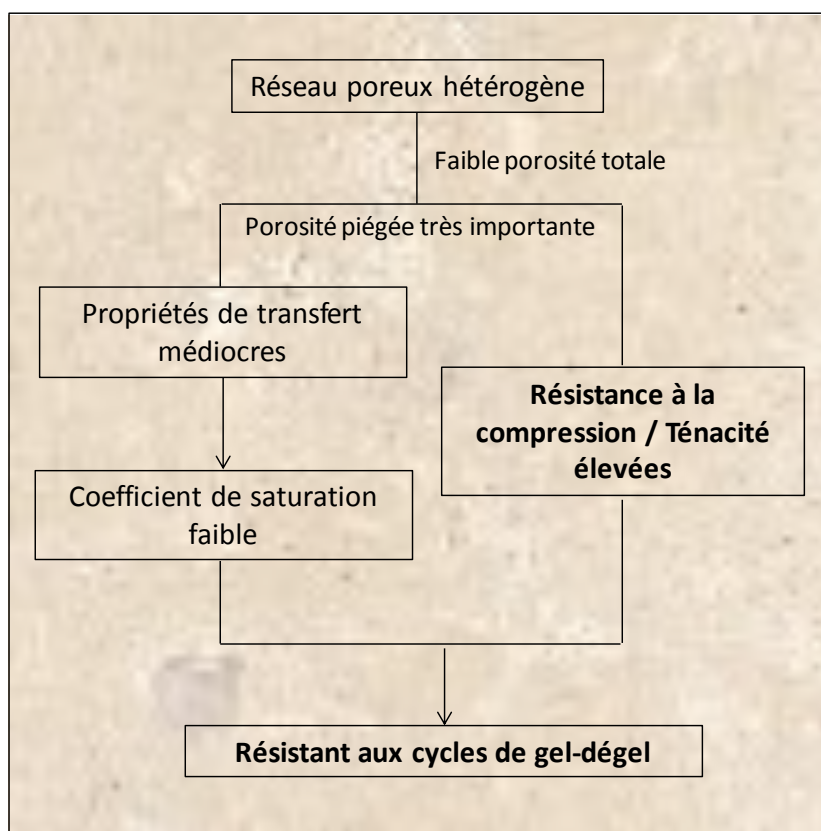


Figure 4-36 : Comportement de la pierre de Massangis face à l'altération par des cycles de gel-dégel

La pierre de Savonnières (Figure 4-37) a une porosité totale élevée et un réseau bimodal. Le degré de saturation naturelle de cette pierre est moyen mais peut être augmenté en allongeant la durée d'immersion des pierres. La perméabilité est relativement élevée. Dans le cas de la saturation naturelle, les échantillons sont relativement résistants à l'action du gel alors que dans le cas du coefficient de saturation plus élevé, les échantillons deviennent sensibles au gel. Pour cette pierre, le réseau poreux bimodal et la perméabilité relativement

élevée permettent la migration de l'eau non gelée, mais le taux de dommage lié au gel dépend plus de la quantité d'eau contenu dans la pierre.

La pierre de Saint-Maximin (Figure 4-37), qui a un réseau poreux bimodal et une forte porosité totale, présente un coefficient de saturation relativement élevé et une forte perméabilité. Cette pierre est sensible à l'action des cycles de gel-dégel. La présence de porosité piégée ne protège pas la pierre de l'action du gel, mais le réseau poreux bimodal, la présence de macroporosité et la perméabilité permettent la migration de l'eau non gelée, augmentant ainsi la quantité des dommages pour cette pierre.

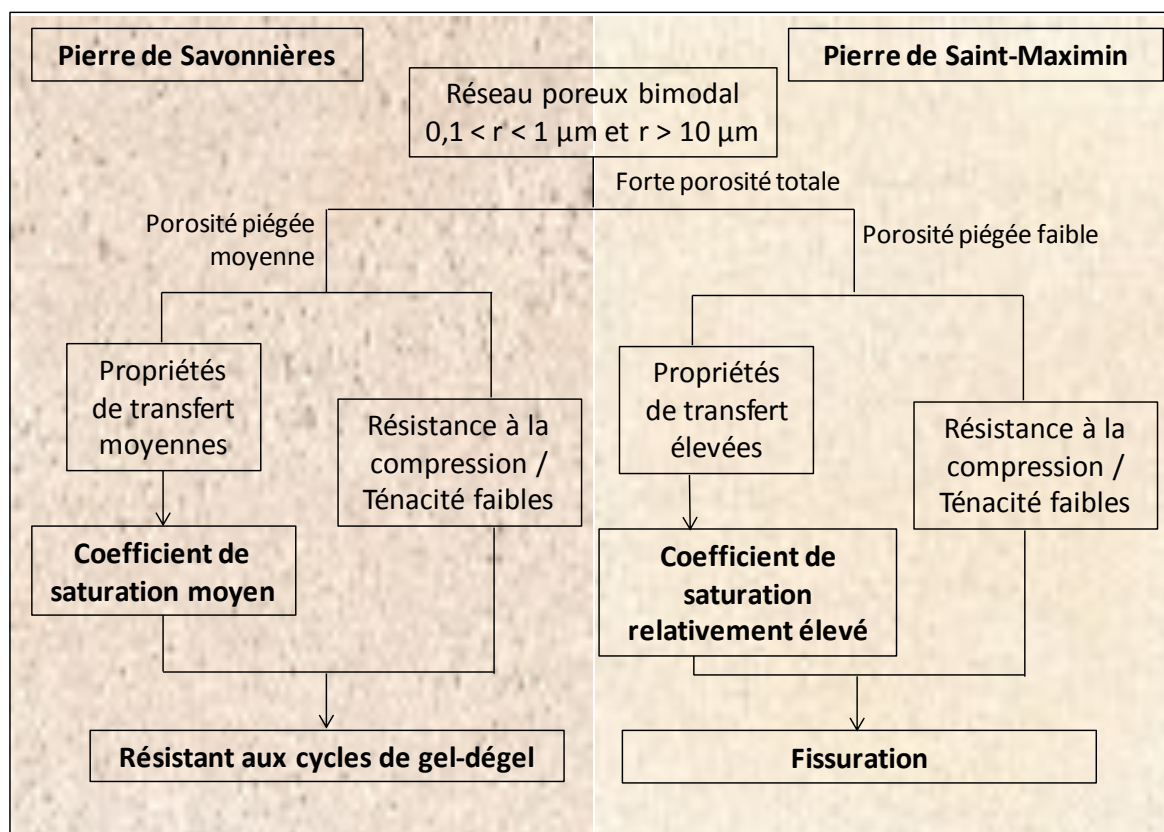


Figure 4-37 : Comportement des pierres de Savonnières et de Saint-Maximin face à l'altération par des cycles de gel-dégel

La pierre de Migné (Figure 4-38) présente une forte porosité totale et un réseau poreux unimodal et donc un coefficient de saturation élevé ainsi qu'une perméabilité relativement élevée. Dans cette configuration, la migration de l'eau non gelée liée aux pressions capillaires ne semble pas envisageable. Mais, le gradient thermique peut provoquer la migration de l'eau non gelée, facilitée par la perméabilité, et l'expansion volumique de la glace de 9% peuvent expliquer les dommages observés pour cette pierre. Pour la pierre de Migné, le coefficient de saturation semble un paramètre important dans la sensibilité au gel.

La pierre de Lens (Figure 4-38) a un réseau poreux bimodal mais le rapport de taille entre les deux familles de pores est très faible. Le réseau poreux peut être considéré comme unimodal. Cette pierre a un coefficient de saturation élevé mais une perméabilité faible. Elle résiste bien aux cycles de gel-dégel. Dans le cas de cette pierre, les propriétés

microstructurales ne sont pas suffisantes pour prédire la sensibilité au gel. Il faut donc prendre en compte ses propriétés mécaniques relativement élevées pour expliquer sa résistance face aux cycles de gel-dégel.

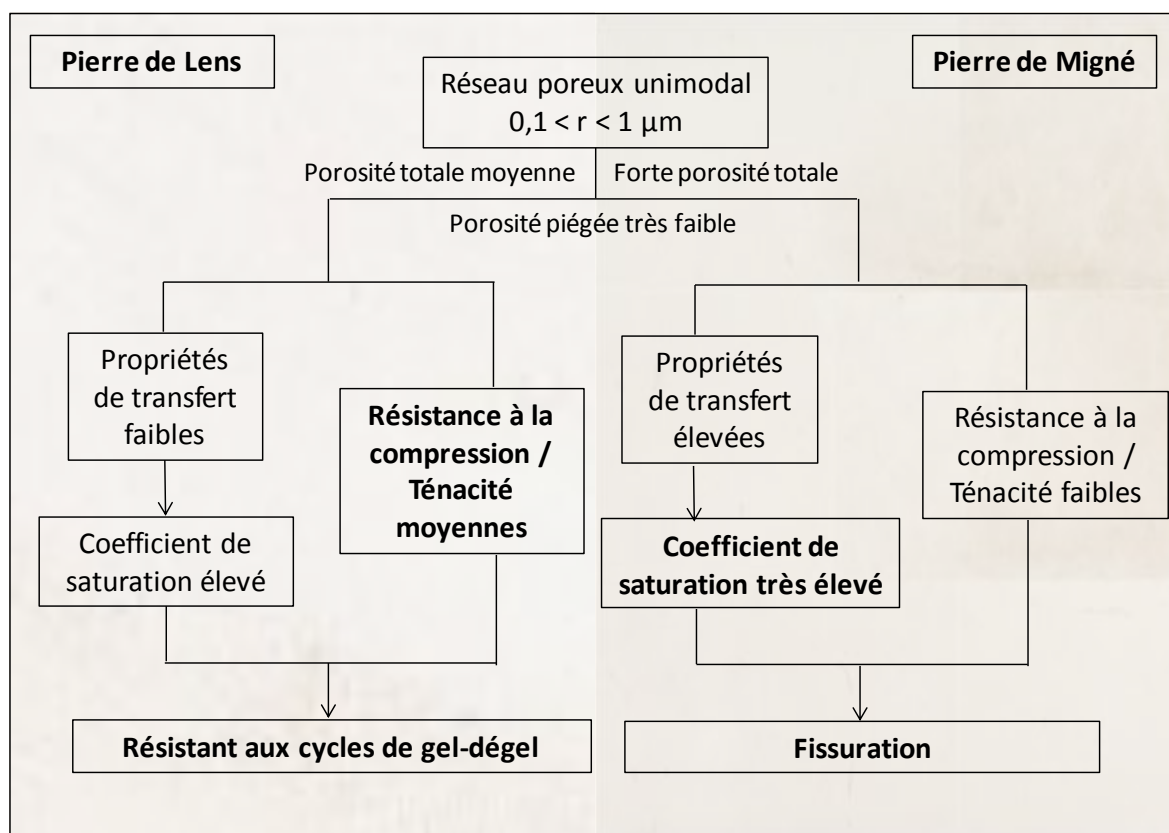


Figure 4-38 : Comportement des pierres de Lens et de Migné face à l'altération par des cycles de gel-dégel

Une pierre avec un réseau poreux bimodal combiné à un coefficient de saturation élevé est sensible à l'action du gel. Une pierre avec un réseau bimodal ou hétérogène mais avec un degré de saturation faible est résistante au gel. La sensibilité des pierres étudiées dont le réseau poreux est unimodal et le coefficient de saturation élevé varie selon les performances mécaniques et notamment sa ténacité. La sensibilité au gel des pierres calcaires est donc dépendante du réseau poreux, du coefficient de saturation et des performances mécaniques.

### VI.3. Principaux paramètres ayant une influence sur l'endommagement des pierres par les cycles de gel-dégel

Le coefficient de saturation est l'un des paramètres les plus importants régissant le comportement aux cycles de gel-dégel. Hirschwald (1908) a proposé un coefficient critique à 80% à partir duquel, les pierres sont sensibles à l'action du gel et mène à des dommages macroscopiques. Suite à d'autres études, Chen (2004) a abaissé ce coefficient de saturation critique à 70%. Toutefois, les différents résultats obtenus montrent que ce coefficient de saturation critique à 80% ou 70% ne permet pas de prévoir la sensibilité des pierres face à l'action du gel. En effet, pour la pierre de Lens qui a un degré de saturation supérieur à la



valeur critique, le gel ne provoque pas un endommagement important, alors que les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+) subissent des dommages importants malgré un coefficient de saturation plus faible que la valeur critique. Le degré de saturation critique varie en fonction des pierres, car cette valeur est dépendante de la distribution de la taille et la connectivité des pores et de la porosité totale. Etablir une valeur critique valable pour un ensemble de pierres semble donc difficile.

La distribution du diamètre d'accès des pores influence le gel de l'eau dans la pierre. La quantité de pores dont le diamètre est inférieur à 5  $\mu\text{m}$ , est la plus importante pour les pierres de Massangis, de Lens, de Migné et de Savonnières. Pour la pierre de Saint-Maximin, c'est la quantité de macropores supérieur à 10  $\mu\text{m}$  qui est la plus importante. Les résultats de la distribution du diamètre d'accès des pores suite aux cycles de gel-dégel montrent une diminution de la quantité des pores dont le diamètre d'accès est inférieur à 5  $\mu\text{m}$  et donc une augmentation de la quantité de macropores, mais il n'y a pas de variation du type de réseau poreux. Il semble donc que les pores les plus fins, inférieurs à 5  $\mu\text{m}$  soient les plus sensibles aux cycles de gel-dégel. L'eau contenue dans ces pores capillaires est susceptible de migrer pendant les phases de gel ; ou encore la glace formée dans les pores plus grands peut s'extruder par ces pores plus fins. Les pores dont le diamètre est inférieur à 5  $\mu\text{m}$  jouent donc un rôle essentiel dans l'altération par les cycles de gel-dégel mais leurs quantités n'est pas un indicateur de sensibilité au gel puisque la pierre de Lens est composée à 96 % de pores dont le diamètre d'accès est comprise entre 0,1 et 5  $\mu\text{m}$  et elle est peu sensible au gel.

Les propriétés de transport comme la perméabilité sont aussi des facteurs influençant le gel. Le suivi des déformations pendant les cycles de gel-dégel confirme la migration d'eau non gelée au sein de trois des cinq pierres pendant les phases de gel. La vitesse de migration de l'eau non gelée est liée à la perméabilité de la pierre, donc les dommages liés au gel en sont aussi dépendants. Les pierres de Migné et de Saint-Maximin et les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+) présentent tous des coefficients de saturation supérieurs à 70% et des perméabilités élevées. Les dommages causés par le gel sont importants. Pour la pierre de Lens, qui a un coefficient de saturation élevé mais une faible perméabilité, le gel provoque peu de dommages. Malgré une perméabilité élevée, la pierre de Savonnières dans le cas de la saturation naturelle (SA-), qui a un degré de saturation faible, présente peu de dégradation. Pour la pierre de Massangis, avec un coefficient de saturation faible et une perméabilité faible, l'endommagement par le gel est faible. La perméabilité a donc de l'influence sur la sensibilité au gel des pierres.

Enfin, les propriétés élastiques et les mécanismes de rupture des pierres peuvent expliquer le comportement différent de pierre sous l'action du gel. Pour la pierre de Massangis avec un réseau poreux hétérogène et des propriétés mécaniques élevées, le coefficient de saturation semble moins important que les performances mécaniques dans l'altération par le gel. Les pierres de Lens et de Migné ont un réseau poreux unimodal et un fort coefficient de saturation, cependant leurs performances sont différentes. La pierre de Lens présente des modules d'Young, une résistance mécanique et une ténacité moyennes mais bien supérieures à celle de la pierre de Lens. La différence de dommages observée suite aux cycles de gel-dégel est probablement due aux performances mécaniques. Les pierres de Savonnières et de Saint-Maximin qui ont un réseau poreux bimodal et des propriétés mécaniques comparables, le coefficient de saturation peut expliquer la différence de



dommage. Si les trois pierres de faible résistance sont comparées, il semble que la ténacité soit le paramètre le plus discriminant par rapport aux dommages observés.

#### **VI.4. Discussion sur le processus d'endommagement**

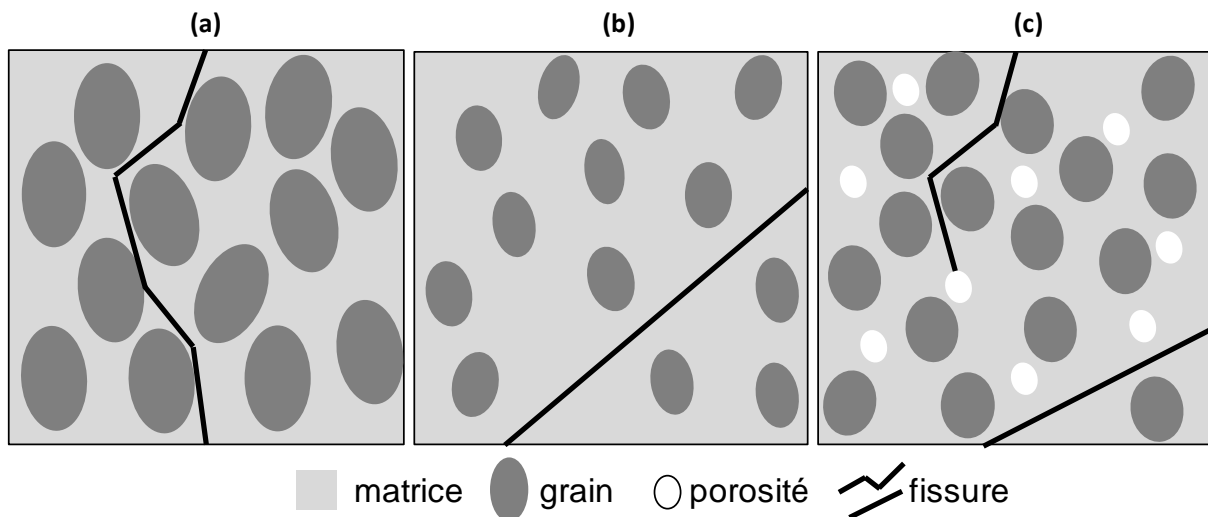
Ces processus d'endommagement des pierres calcaires sont dues à la fois aux types de contraintes subies pendant les phases de gel et à la microstructure des pierres.

Le vieillissement accéléré par des cycles de gel-dégel génère donc des dégradations au sein du matériau à cause des sollicitations mécaniques répétées. L'origine des contraintes peut varier selon les pierres, ce qui amène à des processus d'endommagement différents. Deux comportements se distinguent clairement en fonction des pierres.

Pour les pierres de Massangis et de Lens, les contraintes sont essentiellement thermiques et liées à l'expansion volumique de la glace. La dégradation des propriétés physiques et mécaniques est relativement faible et se produit à partir d'un nombre de cycles de gel-dégel important. Les fissures formées au sein de la microstructure sont d'origine thermique et se situent au niveau des joints de grains. Cependant, cet endommagement de la microstructure ne mène pas à des dommages macroscopiques. Pour ces pierres, l'endommagement est donc lié à la fatigue thermique.

Pour les pierres de Migné, de Saint-Maximin et de Savonnières, les contraintes menant à la formation et la propagation de microfissure sont plus variées. Il y a le gradient thermique entre la surface et le centre des échantillons, les dilatations thermiques et les pressions capillaires et/ou hydrauliques liées à la migration de l'eau non gelée. Selon les pierres, la cinétique de dégradation est différente mais elle a une origine thermo-hydrrique. Dans le cas de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-), malgré des sources de contraintes importantes, l'endommagement est faible et régulier sans dégradation macroscopique. Pour les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+) et pour la pierre de Saint-Maximin, l'endommagement est important et régulier avec la formation de fissure intergranulaire et des fissures dans des zones de matrice, menant à des écaillages et à des ruptures des échantillons au niveau de zone de faiblesse comme des litages. Pour la pierre de Migné, l'endommagement s'effectue en deux temps. Les premiers cycles de gel-dégel dégradent la microstructure rapidement puis l'endommagement devient plus régulier jusqu'à une fissuration transversale macroscopique.

La ténacité est un paramètre important dans le processus de fissuration car il permet de mettre en relation la microstructure, le chemin et la vitesse de fissuration. Au sein de la microstructure, différents paramètres influencent la propagation des fissures : la taille des pores et la compacité, la taille et la résistance des grains. La propagation des fissures est limitée en présence de pores de taille supérieure à 10  $\mu\text{m}$ , d'une forte compacité de grains, de grains de tailles importantes et pleins donc plus résistants. La microstructure des pierres amène donc à des chemins de fissuration différents. La propagation des fissures s'effectuent soit entre les grains et la matrice soit dans de larges zones de matrice. Cela conduit à des processus d'endommagement différents.



**Figure 4-39 : Propagation de fissure schématique pour les pierres de (a) Massangis et Lens, (b) Migné et (c) Savonnières et Saint-Maximin**

Les microstructures des pierres de Massangis et de Lens sont composées de grains de tailles importantes et la répartition de ces grains est dense. Les fissures observées au sein de la microstructure sont intergranulaires (Figure 4-39 (a)). Dans le cas de ces pierres, ces fissures intergranulaires semblent peu dommageables, car aucune altération macroscopique n'est observée.

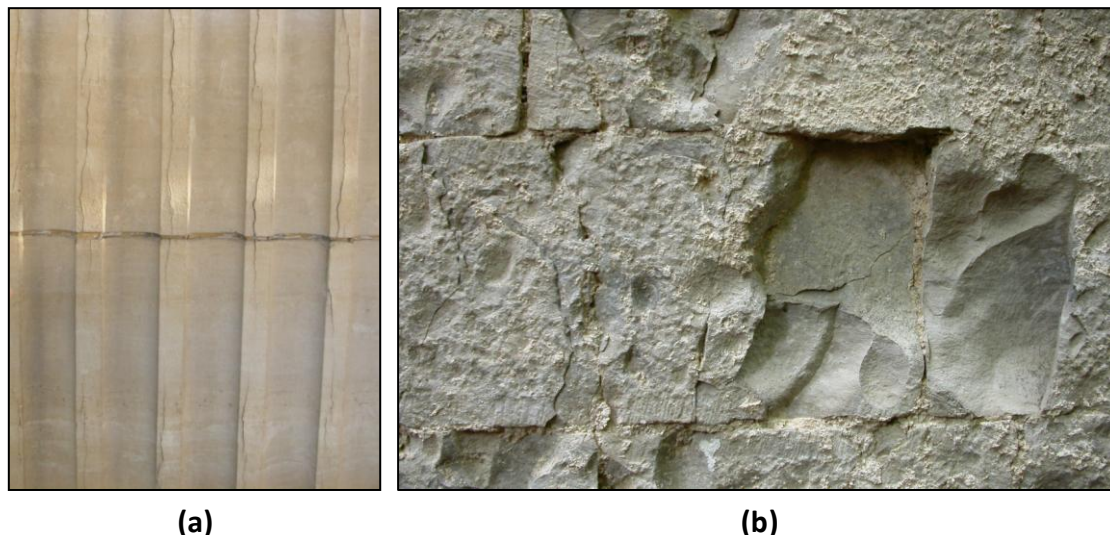
La pierre de Migné présente une microstructure avec de la microporosité, une densité de grains faible et de large zone de matrice. Dans ces conditions, la propagation de fissure est facilitée surtout dans les zones de matrice (Figure 4-39 (b)). Ce type de fissuration est dommageable pour la pierre Migné avec des fissurations transversales macroscopiques pouvant mener à la rupture.

La pierre de Savonnières présente une microstructure avec de la macroporosité, une densité de grains moyenne et des grains creux donc de faible résistance. La propagation des fissures peut être facilitée au niveau de ces grains creux. Cependant, dans le cas de la saturation naturelle (SA-), les fissures intergranulaires observées semblent peu dommageables (Figure 4-39 (c)). Alors que dans le cas de la saturation longue durée (SA+), ces microfissurations semblent plus dommageables avec des écaillages et des ruptures d'échantillons.

La pierre de Saint-Maximin présente une microstructure comparable à la pierre de Savonnières, mis à part la présence de grains creux. Cette pierre présente des fissures intergranulaires entre les grains et la matrice et des fissures dans des zones de matrice uniquement. (Figure 4-39 (c)). Les échantillons de la pierre de Saint-Maximin qui présentent des dégradations macroscopiques, subissent une rupture selon un litage, donc une zone de faiblesse. Les microfissures qui se situent dans les zones de matrice, peuvent être à l'origine de ces ruptures, elles sont donc dommageable pour la pierre.

Pour ces trois pierres, les cycles de gel-dégel provoquent des dégradations macroscopiques. Cependant, l'endommagement ne semble pas avoir la même profondeur. Pour la pierre de Savonnières (SA+), l'endommagement semble superficiel avec des altérations de surface comme l'écaillage. Alors que pour les pierres de Migné et de Saint-Maximin, l'endommagement semble plus profond menant à la rupture de l'échantillon. Cela est cohérent avec le fait que ce sont ces deux pierres qui ont les coefficients de capillarité les plus importants, donc une imbibition capillaire plus profonde menant à plus de dommages.

Dans le cas du processus d'altération thermo-hydrigue, des altérations macroscopiques sont observées : fissurations, ruptures et écaillages. Ce sont des figures d'altération classiques observées sur les façades des édifices du patrimoine bâti dans le cas de cycles de gel-dégel (Figure 4-40).



**Figure 4-40 : Exemple d'altération sur (a) l'opéra Garnier et (b) l'abbaye de Notre-Dame de Lure (source LRMH)**

Dans le cas de l'observation de fissures sur un édifice, plusieurs éventualités peuvent être proposées :

- la fissuration est en cours de propagation comme pour les échantillons de la pierre de Migné et va mener à la rupture comme cela a été observé pour les échantillons de la pierre de Saint-Maximin ;
- la propagation de la fissure va mener à la perte de matière et à un écaillage comme pour les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+).

## VII. CONCLUSION

Les cinq pierres calcaires utilisées dans le patrimoine bâti français, aux propriétés physiques et mécaniques diverses à l'état sain présentent des comportements différents vis-à-vis de l'altération par des cycles de gel-dégel.

Le vieillissement artificiel par les cycles de gel-dégel est réalisé sur des échantillons saturés dans les conditions naturelles afin de représenter la saturation maximale des pierres exposées sur les façades des édifices. L'essai de gel-dégel est effectué en adaptant la norme NF EN 12371. Les phases de gel et de dégel s'effectuent à l'air dans une chambre froide. Chaque étape dure six heures. La température varie de 10°C à -10°C et vice-versa à une vitesse de 4°C/h, suivie d'un palier où la température est maintenue constante pendant une heure à -10°C et +10°C. Un suivi continu de l'endommagement des pierres calcaires est réalisé avec la mesure de la vitesse des ondes P. L'endommagement macroscopique est évalué par des observations macroscopiques et par l'évolution de différentes propriétés : la vitesse des ondes P (le module d'Young dynamique), la porosité totale à l'eau sous vide, le module d'Young statique, la résistance à la compression et la ténacité. L'endommagement

microscopique, quand à lui, est évalué par la distribution de la taille d'accès des pores et par des observations de la microstructure au microscope optique et au MEB.

Les pierres présentent des résistances à l'action du gel et des processus d'altération différentes. Elles supportent un nombre de cycle de gel-dégel allant de 30 à plus de 320 cycles de gel-dégel. Les pierres, qui atteignent la rupture à cause des cycles de gel-dégel, présentent des fissures transversales, des écaillages et des ruptures selon un litage.

Le comportement thermique des pierres pendant les cycles de gel-dégel montre deux cas différents, soit une dilatation pendant la phase de gel et un gradient thermique sont observés ; soit seulement une contraction est observée pendant la phase de gel. Cela met en évidence des différences de mécanisme d'endommagement liées au gel. L'observation de la dilatation a pour origine la migration de l'eau non gelée. Cette migration d'eau non gelée est favorisée par une perméabilité élevée et le type de réseau. Les réseaux hétérogène et bimodal avec deux tailles de pore bien marquées semblent être plus propices à la migration de l'eau non gelée des petits pores vers les grands pores. Dans le cas d'un réseau unimodal, la migration de l'eau non gelée est liée au gradient thermique entre la surface et le centre de l'échantillon qui mène au déplacement de l'eau non gelée vers le front de glace.

Les pierres qui subissent le plus de dommages, sont celles où la migration de l'eau non gelée a été enregistrées. La migration de l'eau doit se faire dans les zones matricielles où les microfissures se propagent. Pour ces pierres, la résistance à la fissuration permet aussi d'expliquer les différences de comportement entre elles. La ténacité est déterminée lors d'un essai de fissuration forcée où l'éprouvette est déjà pré-fissurée par l'altération. Les pré-fissurations par des fissures dans la matrice provoquent une plus forte diminution de la ténacité que les pré-fissurations par des fissures intergranulaires. Pour les pierres qui ne subissent que la contraction thermique, les dommages macroscopiques ne sont pas observés et les propriétés physiques et mécaniques sont dégradées par fatigue thermique avec un nombre de cycles de gel-dégel très important.

Deux processus d'endommagement se distinguent qui sont plus liées aux comportements thermiques des pierres et à la présence de pores capillaires dans les matrices qu'à une propriété spécifique comme par exemple, le coefficient de saturation.



## **CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES**



La préservation du patrimoine bâti est un défi à la fois culturel et scientifique. Afin de préserver et conserver ce patrimoine durablement, il convient de connaître et comprendre les mécanismes d'endommagement des pierres de construction. L'amorçage et la propagation de fissure au sein de la microstructure peut engendrer des dommages macroscopiques menant surtout à une perte de lisibilité architecturale ou structurale, comme par exemple la perte de motif, parfois à l'instabilité des édifices et par conséquent, à des changements de pierre. L'objectif de ces travaux de recherche est donc de caractériser les propriétés microstructurales et mécaniques de pierres calcaires avant altération et de corréler l'évolution de ces propriétés au cours de la fissuration sous l'effet de cycles de gel-dégel. Cinq pierres calcaires sont sélectionnées pour cette étude : les pierres de Massangis, de Lens, de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin.

Dans cet objectif, la caractérisation multi-échelle des cinq pierres calcaires, à l'état initial montre, malgré une composition minéralogique similaire, une grande diversité de microstructures et de propriétés mécaniques.

Ces cinq pierres calcaires présentent une large gamme de porosité totale de 10,7% à 35,4%, et de porosité à 48 heures allant de 4,4% jusqu'à 28,2%. Les coefficients de saturation varient de 40,8% à 95,3%. La porosimétrie au mercure a permis de déterminer les différents types de réseaux poreux et la distribution en taille des pores ( $0,7 < d_{50} < 16,1 \mu\text{m}$ ). Les essais mécaniques donnent les modules d'élasticité statiques compris entre 13,7 et 50,8 GPa. La résistance à la compression de ces pierres calcaires varie entre 9,7 et 67,5 MPa. Le facteur d'intensité des contraintes ou ténacité  $K_{IC}$ , permettant d'évaluer la résistance de la pierre à l'amorçage et à la propagation des fissures varie entre 0,11 et 0,59 MPa. $\sqrt{\text{m}}$ .

Deux groupes de pierre se distinguent, deux pierres avec une porosité totale relativement faible (10,7 à 14,3 %) et trois pierres de porosité totale élevée (28,8, 31,5 et 35,4%). Parmi les pierres de faible porosité totale, l'une, la pierre de Massangis, présente une porosité piégée très élevée liée à un réseau poreux très hétérogène et des propriétés de transport faibles ; l'autre, la pierre de Lens, présente une porosité piégée faible liée à un réseau considéré comme unimodal et des propriétés de transfert moyennes. Pour ces deux pierres, les performances mécaniques sont élevées, la pierre de Massangis étant la plus performante des deux. Parmi les trois pierres de forte porosité totale, l'une, la pierre de Migné, présente une très faible porosité piégée liée à un réseau poreux unimodal et des propriétés de transfert élevées. Les deux autres, les pierres de Savonnières et de Saint-Maximin, présentent une porosité piégée relativement élevée liée à des réseaux bimodaux et des propriétés de transfert plus ou moins élevées. Pour les propriétés élastiques et mécaniques, les trois pierres sont relativement similaires. Par contre, la pierre de Migné présente une ténacité relativement plus faible que les deux autres pierres de son groupe.

Pour étudier la fissuration des pierres calcaires, un vieillissement artificiel par des cycles de gel-dégel est mis en place pour les cinq pierres calcaires. Le suivi des différentes propriétés physiques et mécaniques réalisé au cours et jusqu'à la fin de l'altération est présenté. L'évolution de ces différentes propriétés depuis l'état initial de la pierre jusqu'à sa rupture pour certaines ou après 320 cycles de gel-dégel pour d'autres permet de mettre en avant les paramètres influençant la durabilité ou à l'inverse, les paramètres responsables de l'altération et donc de la fissuration.



Les dommages macroscopiques significatifs ne sont pas observés pour les pierres de Massangis, de Lens et les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières (SA-). Les pierres de Migné et de Saint-Maximin et les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+), quant à elles, présentent des dommages macroscopiques importants avec des fissurations, des écaillages ou des échantillons cassés. L'altération causée par les cycles de gel-dégel est bien visible pour ces pierres.

Dans les cas de pierres de Migné et de Saint-Maximin, les courbes de déformation volumique en fonction du temps au cours des phases de gel montre tout d'abord une contraction volumique au début de la phase de transformation d'eau en glace (malgré une augmentation de la température négative vers zéro après la phase de surfusion). Par la suite la déformation volumique devient dilatante et continue tout au long de la phase de gel (malgré une diminution de la température). La contraction volumique est due aux dépressions capillaires qui provoquent la migration de l'eau non gelée vers le front de glace pendant la phase de transformation d'eau en glace. Ensuite, la croissance de la glace et la migration de l'eau vers le front de glace augmente la pression de l'eau non gelée dans les pores qui provoque une dilation et par conséquent un endommagement de matériau. La déformation volumique n'est pas constatée pour les autres pierres.

L'endommagement macroscopique des pierres est évalué par l'évolution de différentes propriétés : la vitesse des ondes P (et le module d'Young dynamique), la porosité totale à l'eau sous vide, le module d'Young statique, la résistance à la compression et la ténacité. Les résultats montrent une diminution très importante de la vitesse des ondes P et de la ténacité, une diminution moins importante du module d'Young statique, ainsi qu'une augmentation de la porosité pour les pierres de Migné et de Saint-Maximin et les échantillons de la saturation longue durée de la pierre de Savonnières (SA+). Dans les cas des pierres de Massangis et Lens, il n'y a pas de variation significative du module d'Young statique et de la porosité. Cependant, il y a une diminution de la ténacité et une diminution non négligeable de la vitesse des ondes P qui se produit pour les premiers cycles et après un nombre très important de cycles de gel-dégel.

La résistance à la compression montre des variations très aléatoires pour les différents types de pierres et semble un indicateur peu pertinent pour caractériser l'endommagement causé par les cycles de gel-dégel. La porosité totale ne montre pas de variation flagrante pour toutes les pierres. Cependant, lorsqu'une dilatation, et par conséquent une augmentation de volume de vide pendant les phases de gel, est observée, la porosité totale présente une légère augmentation.

Ces travaux permettent de mettre en évidence les indicateurs de durabilité les plus fiables grâce au suivi continu de l'endommagement. La vitesse des ondes P et donc le module d'Young dynamique et la ténacité sont les plus sensibles à l'altération par les cycles de gel-dégel.

Ces chutes de la vitesse des ondes P et de la ténacité sont en lien avec le développement de microfissures, qui ne sont pas facilement détectables par les autres méthodes plus conventionnelles habituellement utilisées pour caractériser l'endommagement dû aux cycles de gel-dégel. La présence de microfissures, par ailleurs confirmée par des observations au MEB, peut jouer un rôle très important dans la durabilité et le comportement à long terme de ces pierres.

En considérant l'ensemble des résultats et notamment l'évolution des vitesses des ondes P, l'hypothèse d'évolution de l'endommagement par deux mécanismes a été proposée. Les pierres de Massangis et de Lens subissent un léger endommagement éventuellement lié à l'action de gel, en l'absence de phénomène de dilatation, pendant les premiers cycles de gel-dégel (constaté par la diminution de la vitesse des ondes P), puis une stabilisation de la dégradation et enfin un endommagement plus important par la fatigue thermique pour des nombres de cycle de gel-dégel très élevés.

Pour les pierres de Migné, de Savonnières et de Saint-Maximin, l'endommagement est causé par des pressions de cristallisation liées à l'expansion volumique de la glace et par la migration de l'eau vers le front de glace qui augmente la pression de l'eau non gelée dans les pores. L'endommagement de ces pierres est rapide et régulier avec une forte chute de ses différentes propriétés physiques et mécaniques avec l'amorçage et la propagation de microfissures menant à des fissurations transversales macroscopiques.

L'influence des différents paramètres intrinsèques (porosité totale, distribution des pores, propriétés mécaniques) et environnementaux (coefficient de saturation) sur le comportement hydromécanique et l'évolution de fissuration au cours des cycles de gel-dégel a été étudié. Dans la littérature, le coefficient de saturation est considéré comme l'un des paramètres les plus importants pour la sensibilité au gel d'une pierre. Cependant, les résultats montrent qu'une valeur critique unique pour l'ensemble des pierres ne semble pas valable, car elle dépend de la distribution de la taille, la connectivité des pores et de la porosité totale. Concernant la distribution de la taille d'accès des pores, les résultats montrent que le coefficient de saturation critique des pierres avec une distribution bimodale est plus faible que celui des pierres avec une distribution unimodale. Un réseau poreux bimodal et la présence de macroporosité favorisent la migration de l'eau non gelée vers le front de glace au cours de la transformation de l'eau en glace, augmentant ainsi les pressions au sein de la pierre et donc les dommages. Par ailleurs, la capacité de transfert de l'eau dépend aussi de la perméabilité. Dans la gamme des perméabilités testées, une perméabilité plus élevée facilite la migration de l'eau non gelée et peut augmenter l'ampleur de l'endommagement dans le matériau.

Les observations microscopiques, l'étude de la microstructure et de la ténacité ont permis de mettre en avant différents chemins de fissuration plus ou moins dommageables pour ces pierres calcaires. La propagation des fissures au sein de la microstructure est liée à la taille des pores, la compacité et la taille des grains. Selon la microstructure des pierres et le chemin de fissuration, l'endommagement et les dommages macroscopiques sont plus ou moins importants. Lorsque les fissures sont intergranulaires, elles sont peu dommageables pour ces pierres, car la fissuration est stoppée soit par la présence de pore dont la taille est supérieure à 10  $\mu\text{m}$ , soit par la compacité des grains dans la matrice. Par contre, quand les fissures se situent dans de larges zones de matrice, elles sont très dommageables pour les pierres menant à des dommages macroscopiques.

Différentes perspectives sont envisageables afin de compléter ou d'améliorer ces travaux.

- Les essais de gel-dégel en laboratoire ne reflètent pas exactement la réalité des conditions climatiques des pierres mises en œuvre sur un édifice. Pour mimer au mieux les conditions naturelles, des cycles de séchage-resaturation peuvent être inclus au cours des cycles de gel-dégel. Ces cycles de séchage-resaturation peuvent entraîner des modifications du réseau poreux.

- La migration de l'eau au sein de l'échantillon lors du gel est un phénomène très important et dont la puissance des dommages dépend. Pour vérifier le sens de migration de l'eau non gelée et comprendre éventuellement les phénomènes d'écaillage en surface, la distribution de l'eau peut être déterminée sur les échantillons à la fin de la phase de gel.
- La quantification du pourcentage de dégradation lié à l'expansion de la glace et à la migration de l'eau non gelée par rapport à la fatigue thermique peut être étudiée. Pour cela, les mêmes cycles de gel-dégel peuvent être réalisés sur des échantillons secs.
- L'étude de l'influence du coefficient de saturation, du réseau poreux et des propriétés mécaniques peut être améliorée, d'autres essais de cycles de gel-dégel peuvent être réalisés. Dans un cas, la pierre de Migné aura un degré de saturation plus faible d'environ 80%, ainsi le coefficient de saturation sera comparable à celui de la pierre de Saint-Maximin. Dans un autre cas, le coefficient de saturation de la pierre de Massangis sera augmenté pour avoir un degré de saturation beaucoup plus élevé à 90 % pour être comparé à la pierre de Lens.
- L'étude des propriétés mécaniques à la rupture peut être approfondie avec par exemple des essais de double torsion pour pouvoir suivre le chemin de la fissure sur de plus longs trajets.





## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**



Altindag R., Alyildizb I. S., Onargan T. (2004) *Mechanical property degradation of ignimbrite subjected to recurrent freeze–thaw cycles*. International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences vol. 41 p. 1023–1028

Bayram F. (2012) *Predicting mechanical strength loss of natural stones after freeze–thaw in cold regions*. Cold Regions Science and Technology vol. 83–84 p.98–102

Beaudoin, J.J., MacInnis, C. (1974) *The mechanism of frost damage in hardened cement paste*. Cem. Conc. Res. vol. 4 p.139–147

Beck K. (2006) *Etude des propriétés hydriques et des mécanismes d'altération de pierres calcaires à forte porosité*. Thèse de Sciences de Matériaux. Université d'Orléans, 244 p.

Bellanger M., Homand F., Remy J.M. (1993) *Water behaviour in limestones as a function of pores structure : Application to frost resistance of some Lorraine limestones*. Engineering Geology, vol. 36 p. 99 – 108

Blachere J. R. and Young J. E. (1972) *The freezing point of water in porous glass*, Journal of The American Ceramic Society, Vol. 55, N°6, p. 306-308

Bost M., Ahmad Pouya A. (2007) *Contraintes exercées par le gel dans les fractures des massifs rocheux : aspects expérimentaux et modélisation*. 18<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique Grenoble, 27-31 août 2007

Bost M. (2008) *Altération par le gel des massifs rocheux: étude expérimentale et modélisation des mécanismes de génération des contraintes dans les fissures*. Thèse. Paris : Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 281 p.

Bourbie T., Zinszner B. (1985) *Hydraulic and acoustic properties as a function of porosity in Fontainebleau sandstone*. Journal of Geophysical Research, vol. 90, No. B13, p. 524-532.

Bourgès A., Fehr K.T., Simon S., Snethlage R. (2008) *Correlation between the Microstructure and the Macroscopic Behavior of Sandstones*. Restoration of Building and Monument, Vol. 14, No. 3, p.157-166

Bourgès A. (2012) *Fracture mechanic: a new approach to tackle stone conservation*. 12th International congress on the deterioration and conservation of stone, New-York, 22-26 October 2012.

Bousquié P. (1979) *Texture et porosité des roches calcaires*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI et Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 191 p.

Casteleyn L., Robion P., Collin P.-Y., Menéndez B., David C., Desaubliaux G., Fernandes N., Dreux R., Badiner G., Brosse E., Rigollet C. (2010) *Interrelations of the petrophysical, sedimentological and microstructural properties of the Oolithe Blanche Formation (Bathonian, saline aquifer of the Paris Basin)*. Sedimentary Geology vol. 230 p.123–138



Casteleyn L. (2011) *Transfert de fluides dans les milieux poreux, le cas des carbonates et des interfaces argiles/calcaires. Etudes intégrées de pétrophysique, de sédimentologie et des microstructures. Le cas de deux carbonates : L'Oolithe Blanche du Bassin de Paris et la formation du Globigerine Limestone des îles maltaises.* Thèse de géologie. Université de Cergy-Pontoise, 267p.

Chahal R. S. and Miller R. D. (1965) *Supercooling of water in glass capillaries*, British Journal of Applied Physics, Vol. 16, p. 231-39

Chen T.C., Yeung M.R., Mori N. (2004) *Effect of water saturation on deterioration of welded tuff due to freeze-thaw action*. Cold Regions Science and Technology: vol. 38, p. 127-136

Choquette P.W and Pray L.C. (1970) *Geologic nomenclature and classification of porosity in sedimentary carbonates*. Bull. A.A.P.G. 54 (2) : 207-250

Christaras B., Auger F., Mosse E. (1994) *Determination of the moduli of elasticity of rocks. Comparison of the ultrasonic velocity and mechanical resonance frequency methods with direct static methods*. Materials and Structures Vol.27, p. 222-228.

Defay, R., Prigogine, I., Everett, D. H. (1966) *Surface tension and absorption*. Longmans, London, p. 217-285

Dessandier D., Auger P., Haas H., Hugues G. (2000) *Guide méthodologique de sélection des pierres des monuments en termes de durabilité et compatibilité*. Projet de recherche 2000-MET-D03, BRGM/RP-50137-FR

De Witte E., Vergès Belmin V., De Clercq H., Van Hees R., Miquel A., Bromblet P., Brocken H., Cardani G., Tedeschi C., Binda L., Baronio G., Lubelli B., Garavaglia E. (2001) *Salt Compatibility of Surface Treatments (SCOST): Final Report*. European Contract ENV4-CT98-0710. Brussels: KIK-IRPA.

Eberhardt E, Stead D, Stimpson B. (1999) *Quantifying progressive pre-peak brittle fracture damage in rock during uniaxial compression*. Int J Rock Mech Min Sci vol. 36 p. 361–80

Eslami J. (2010) *Etude de l'endommagement à court et long terme d'une roche poreuse*. Thèse de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 200 p.

Everett D.H. (1961) *The thermodynamics of frost damage to porous solids*, Trans. Faraday Soc.57, p. 1541-51

Fronteau G. (2000) *Comportement télogénétiques des principaux calcaires de Champagne - Ardenne, en relation avec leur faciès de dépôt et leur séquençage diagénétique*. Thèse de Sciences de la Terre. Université de Reims Champagne – Ardenne, 304 p.

Fagerlund G. (1971) *Degré critique de saturation : un outil pour l'estimation de la résistance au gel des matériaux de construction*, Matériaux et Constructions RILEM, vol. 4, N° 23, p. 271- 283

Fagerlund G. (1972) *Kritiska vattenmättnadsgrader i samband med frysning av porösa och spröda material, Critical degrees of saturation at freezing of porous and brittle materials*. Lund Institute of Technology, Division of Building Technology, Report 34, Lund

Fagerlund, G. (1993) *Frost resistance of high performance concrete - Some theoretical Considerations*. Lund Institute of Technology, Division of Building Materials, Report TVBM-3056, Lund

Flügel E. (1982) *Microfacies analysis of Limestones*. Springer-Verlag Ed. 2ème Edition. 633p.

Folk R.L. (1959) *Practical petrographical classification of limestones*. Amer. Ass. Petrol. Geol. vol.43.1 p. 1-38.

Fronteau G. (2000) *Comportement télogénétiques des principaux calcaires de Champagne - Ardenne, en relation avec leur faciès de dépôt et leur séquençage diagénétique*. Thèse de Sciences de la Terre. Université de Reims Champagne – Ardenne, 304 p.

Guéguen Y., Palciauskas V. (1992) *Introduction à la physique des roches*. Hermann Ed. Paris p.89

Griffith A. (1920) *The phenomena of rupture and flow in solids*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, Series A, 221, p.163-198

Hirschwald J. (1908) *Die Prüfung der Natürlichen Bausteine auf Ihre Wetterbeständigkeit*. Berlin, Verlag von Wilhelm Ernst & Sohn, p. 675

Hobbs P. V. (1974) *Ice physics*. Clarendon Press, Oxford

Homand F., Duffaut P. (2000) *Manuel de mécanique des roches (Tome 1 Fondements)*. Les Presses de l'Ecole des Mines de Paris. Paris : Comité Français de Mécanique des Roches, 265 p.

ICOMOS International Scientific Committee for Stone (2008) *Illustrated glossary on stone deterioration patterns - Glossaire illustré sur les formes d'altération de la pierre*

Irwin G. R. (1948) *Fracture Dynamics, Fracturing of Metals*, American Society of Metals, pp. 147-166

Irwin, G. R. (1957) *Analysis of Stresses and Strains near the End of a Crack Transversing a Plate*. Journal of Applied Mechanics, Vol. 24, pp. 361-364

Jamshidi A., Reza Nikudel M., Khomehchiyan M. (2013) *Predicting the long-term durability of building stones against freeze–thaw using a decay function model*. Cold Regions Science and Technology vol.92 p.29–36

Letavernier G (1984) *La gélivité des roches calcaires. Relations avec la morphologie du milieu poreux*. Thèse, Université de Caen, 181p.

Lliboutry L. (1964) *Traité de glaciologie: Glaciers, variations du climat, sols gelés*. Tome 2, Masson & cie Editeurs

Litvan G.G. (1978) *Freeze-Thaw durability of porous building materials*, in *Durability of building materials and components*, Special Technical Publication STP 691, American Society for Testing and Materials, p. 455-463

Ludovico-Marquès M., Chastre C., Vasconcelos G. (2012) *Modelling the compressive mechanical behaviour of granite and sandstone historical building stones*. Construction and Building Materials vol. 28 p.372–381

Mamillan M. (1975) *Méthodes d'essais au gel des pierres*. VIème Congrès International « Les problèmes posés par la gélifraction. Recherches fondamentales et appliquées », Fondation Française d'Etudes Nordiques : Le Havre, rapport n°206, 12p.

Mamillan M. (1991) *Methods for assessing the deterioration of stone monuments*. In Science, Technology and European Cultural Heritage, p. 90-99

Mamillan M. (1994) *Restauration des bâtiments en pierre*. Techniques de l'Ingénieur C2150

Marco Castaño L.D., Martínez-Martínez J., Benavente D. and García-del-Cura M.A. (2010) *Failures in the standard characterization of carbonate dimension stone durability during freeze-thaw testing*. Global Stone Congress

Martinet G., Quénée B. (2008) *Pierres de construction, Natures et mécanismes d'altération*. Techniques de l'Ingénieur

Martínez-Martínez J., Benavente D., Gomez-Heras M., Marco-Castaño L.D., García-del-Cura M. A. (2013) *Non-linear decay of building stones during freeze–thaw weathering processes*. Construction and Building Materials vol. 38 p. 443–454

Matsuoka N. (2001) *Direct observation of frost wedging in alpine bedrock*. Earth Surf. Process. Landforms: vol. 26, p. 601-614

Mertz J.D. (1991) *Structures de porosité et propriétés de transport dans les grès*. Thèse de Sciences géologiques. Université Louis Pasteur de Strasbourg, 149 p.

Mutluturk M., Altindag R., Turk G. (2004) *A decay function model for the integrity loss of rock when subjected to recurrent cycles of freezing–thawing and heating–cooling*. International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences 41: 237–244

NF B 10-504 (1973) Produits de carrières - Pierres calcaires - Mesure du coefficient d'absorption d'eau.

NF EN 1925 (1999) Méthodes d'essai des pierres naturelles – Détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité.

NF EN 1926 (2007) Méthodes d'essai des pierres naturelles – Détermination de la résistance en compression uniaxiale.

NF EN 1936 (2007) Méthodes d'essai des pierres naturelles – Détermination des masses volumiques réelle et apparente et des porosités ouverte et totale.

NF EN 12371 (2010) Méthodes d'essai des pierres naturelles – Détermination de la résistance au gel.

NF EN 12407 (2007) Méthodes d'essai des pierres naturelles – Examen pétrographique.

NF EN 14579 (2005) Méthodes d'essai des pierres naturelles – Détermination de la vitesse et propagation du son.

NF X30-443 (2014) Déchets — Détermination en laboratoire du coefficient de perméabilité à saturation d'un matériau — Perméamètre à paroi flexible à gradient hydraulique constant

Nicholson D. T., Nicholson F. H. (2000) *Physical deterioration of sedimentary rock subjected to experimental freeze-thaw weathering*. Earth Surface Processes and Landforms : vol. 25, p. 1295-1307

Nieminen P., Uusinoka R. (1988) *The role of pore properties of rocks in the decay problem of building stones*. Géologie des Travaux anciens, des Monuments et Sites Historiques, Maricos & Kouris eds, Rotterdam, p. 809-813

Petrenko V.F. and Whitworth R.W. (1999) *Physics of Ice*. Oxford University Press

PIERRE ET PATRIMOINE, Connaissance et Conservation, Acte Sud, 2009

Powers T.C. and Helmuth R.A. (1953) *Theory of volume changes in hardened Portland cement paste during freezing*. Proc. Highway Rese. Board, N°32, p. 285-297

Powers T.C. (1956) *Résistance au gel du béton jeune*, Colloque R.I.L.E.M. "Bétonnage en hiver", Copenhagen

Prick A. (1995) *Dilatometrical behaviour of porous calcareous rock samples subjected to freeze-thaw cycles*. Catena 25, p. 7-20

Prick A. (1996) *Etude de la cryoclastie et de l'haloclastie par méthode dilatométrique*. Ed Classe des Sciences. Académie Royale de Belgique : 311 p.

Prick A. (1997) *Critical Degree of Saturation as a Threshold Moisture Level in Frost Weathering of Limestones*. Permafrost and Periglacial Processes, Vol. 8: 91-99

Rémy J.M. (1993) *Influence de la structure du milieu poreux carbonaté sur les transferts d'eau et les changements de phase eau - glace : application à la durabilité au gel de roches calcaires de Lorraine*. Thèse de Géologie mention Génie civil et minier, Ecole Nationale Supérieure de Géologie, Nancy, 327 p.

Roels S., Carmeliet J., Hens H. (2000) *Microscopic analysis of imbibitions processes in oolitic limestone*. Geophysical Research Letters vol. 27 N°21: 3533-3536

Rousset Tournier B. (2001) *Transferts par capillarité et évaporation dans des roches : rôles des structures poreuses*, Thèse de l'Université Louis Pasteur de Strasbourg, 204 p.

Ruedrich J., Kirchner D., Siegesmund S. (2011) *Physical weathering of building stones induced by freeze–thaw action: a laboratory long-term study*. Environ Earth Sci vol. 63 p. 1573–1586

Saad A., Guédon S., Martineau F. (2010) *Microstructural weathering of sedimentary rocks by freeze–thaw cycles : Experimental study of state and transfer parameters*. C. R. Geoscience: vol. 342, p. 197–203

Saad A. (2011) *Influence climatique et des conditions extrêmes sur les massifs fracturés. Rôle des fluides dans leur processus d'altération*. Thèse. Université Paris-Est, 285 p.

Scherer G. W. (1999) *Crystallization in pores*. Cement and Concrete Research vol. 29, p. 1347–1358

Stockhausen N. (1981) *Die Dilatation hochporöser Festkörper bei Wasseraufnahme und Eisbildung*. Ph.D. TU München, p. 163

Tan X., Chen W., Yang J., Cao J. (2011) *Laboratory investigations on the mechanical properties degradation of granite under freeze–thaw cycles*. Cold Regions Science and Technology vol. 68, p. 130-138

Thomachot C. (2002) *Modification des propriétés pétrophysiques de grès soumis au gel ou recouverts « d'encroutements noirs vernissés »*. Thèse. Université Louis Pasteur de Strasbourg, 346 p.

Thibaut P.M. (1996) *Inventaire des roches ornementales et de construction françaises et des sociétés exploitantes*. BRGM/R38877

Tourenq C. (1970) *La gélivité des roches, application aux granulats*. Rapport de Recherche N°6 LCPC

Tourenq C., Fourmaintraux D., Denis A. (1971) *Propagation des ondes et discontinuités des roches*. Proceedings Symposium ISRM. Rock fracture. Nancy, France: ISRM, p. I-1

Tiennot M. (2012) *Mise en place de protocoles d'essais en mécanique de la rupture pour l'étude des matériaux poreux du patrimoine bâti*. Rapport de stage, Laboratoire de Recherche des Monuments Historiques, Master MAGIS-UPMC (non publié)

Tutluoglu L., Keles C. (2011) *Mode I fracture toughness determination with straight notched disk bending method*. International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences : vol. 48, p. 1248-1261

Vlahou I., Worster G. (2010) *Ice growth in a spherical cavity of a porous medium*. Journal of Glaciology, vol. 56, No. 196

Wang Q. Z. (2010) *Formula for calculating the critical stress intensity factor in rock fracture toughness tests using cracked chevron notched Brazilian disc (CCNBD) specimens*. International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences vol. 47 p. 1006–1011

Winkler E. M. (1994) *Stone in Architecture: Properties, Durability*. Springer-Verlag : Berlin

Yasar E., Erdogan Y. (2004) *Correlating sound velocity with the density, compressive strength and Young's modulus of carbonate rocks*. International Journal of Rock & Mining Sciences, vol. 41, p. 871-875.

Yavuz H. (2010) *Effect of freeze–thaw and thermal shock weathering on the physical and mechanical properties of an andesite stone*. Bull Eng Geol Environ 70 : 187–192



## **ANNEXE A : PROPRIETES DES PIERRES AU COURS DES CYCLES DE GEL-DEGEL**





# PIERRE DE MASSANGIS

	$V_{p \text{ sat}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$V_{p \text{ sec}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$E_{\text{dyn}}$ (GPa)	$E_{\text{stat}}$ (GPa)	$E_{\text{app}}$ (GPa)	$R_c$ (MPa)	$K_{IC}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> ) (pour a/t = 0,2)	$N_t$ (%)
0 cycle	5342,0 ± 169,6	5112,4 ± 119,9	53,2 ± 2,6	50,8 ± 1,2	53,2 ± 1,6	67,5 ± 4,8	0,59 ± 0,12	10,7 ± 1,2
50 cycles	4996,0 ± 102,3	4889,3 ± 97,0	44,8 ± 1,8	47,1 ± 2,4	46,5 ± 2,8	34,3 ± 8,8	0,46 ± 0,04	11,7 ± 0,6
100 cycles	4962,5 ± 104,9	4880,4 ± 131,6	44,7 ± 2,4	44,1 ± 2,5	43,6 ± 1,9	51,3 ± 6,7	-	12,2 ± 0,9
150 cycles	4989,8 ± 110,2	4860,3 ± 121,0	44,3 ± 2,2	44,8 ± 1,7	45,6 ± 1,4	49,6 ± 8,4	0,50 ± 0,05	11,6 ± 1,1
200 cycles	4995,1 ± 126,0	4829,1 ± 33,5	43,7 ± 0,6	43,3 ± 0,9	43,6 ± 2,1	58,2 ± 9,1	-	11,2 ± 0,3
250 cycles	4952,0 ± 147,7	4890,0 ± 120,1	44,8 ± 2,2	45,0 ± 1,2	43,0 ± 2,0	36,4 ± 8,0	0,39 ± 0,01	11,0 ± 1,1
300 cycles	4911,6 ± 146,1	4787,6 ± 118,2	43,0 ± 2,9	47,0 ± 6,0	43,8 ± 7,2	50,1 ± 10,8	-	11,5 ± 1,2
320 cycles	4781,8 ± 83,3	4753,5 ± 86,8	42,4 ± 1,6	47,1 ± 1,5	44,6 ± 3,6	56,9 ± 9,6	0,30 ± 0,02	11,5 ± 1,1

# PIERRE DE LENS

	$V_{P \text{ sat}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$V_{P \text{ sec}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$E_{\text{dyn}}$ (GPa)	$E_{\text{stat}}$ (GPa)	$E_{\text{app}}$ (GPa)	$R_c$ (MPa)	$K_{IC}$ (MPa. $\sqrt{m}$ ) (pour a/t = 0,2)	$N_t$ (%)
0 cycle	4236,2 ± 99,6	4206,2 ± 187,8	32,8 ± 1,4	33,4 ± 1,2	31,9 ± 3,6	35,5 ± 2,1	0,41 ± 0,18	14,3 ± 0,9
50 cycles	4042,4 ± 93,7	4124,7 ± 77,2	31,0 ± 1,2	33,9 ± 0,9	31,7 ± 0,7	31,4 ± 10,3	0,30 ± 0,03	14,4 ± 1,4
100 cycles	4047,3 ± 123,4	3986,9 ± 30,4	29,0 ± 0,4	33,0 ± 3,2	30,3 ± 3,8	35,9 ± 9,7	-	15,1 ± 1,1
150 cycles	4100,3 ± 93,6	4056,6 ± 124,6	30,0 ± 1,8	33,6 ± 3,6	31,4 ± 4,5	37,0 ± 4,4	0,32 ± 0,03	14,0 ± 1,3
200 cycles	4018,6 ± 92,7	4088,9 ± 43,3	30,5 ± 0,6	33,2 ± 0,6	28,6 ± 1,0	39,8 ± 4,5	-	13,6 ± 0,5
250 cycles	3979,5 ± 117,4	3980,6 ± 52,1	28,9 ± 0,8	32,3 ± 1,0	28,8 ± 1,3	37,9 ± 1,9	0,29 ± 0,02	14,9 ± 0,3
300 cycles	3925,2 ± 130,6	3977,4 ± 151,1	28,9 ± 2,2	34,3 ± 1,7	31,7 ± 2,3	37,7 ± 11,1	-	14,1 ± 1,1
320 cycles	3861,2 ± 125,5	4040,7 ± 40,8	29,8 ± 0,6	34,0 ± 0,5	30,6 ± 1,8	47,7 ± 2,6	0,27 ± 0,01	13,8 ± 0,3

# PIERRE DE SAVONNIÈRES SA-

	$V_{P\text{ sat}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$V_{P\text{ sec}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$E_{\text{dyn}}$ (GPa)	$E_{\text{stat}}$ (GPa)	$E_{\text{app}}$ (GPa)	$R_c$ (MPa)	$K_{IC}$ (MPa. $\sqrt{m}$ ) (pour a/t = 0,2)	$N_t$ (%)
0 cycle	3141,0 ± 88,7	2978,6 ± 98,6	15,7 ± 1,1	15,3 ± 1,3	14,9 ± 0,5	14,5 ± 3,6	0,17 ± 0,03	31,5 ± 1,7
10 cycles	2925,4 ± 70,7	2968,1 ± 80,1	15,1 ± 0,8	13,6 ± 1,2	12,6 ± 1,0	13,5 ± 3,5	0,13 ± 0,02	31,7 ± 1,1
20 cycles	3000,1 ± 65,0	2971,1 ± 61,5	15,2 ± 0,6	13,8 ± 1,2	12,1 ± 1,0	14,0 ± 1,9	-	32,0 ± 0,9
30 cycles	3020,3 ± 67,6	3945,6 ± 59,8	14,9 ± 0,6	13,6 ± 0,3	12,0 ± 0,2	12,7 ± 2,3	0,13 ± 0,01	32,3 ± 0,7
40 cycles	2997,0 ± 73,7	2959,4 ± 22,9	15,0 ± 0,2	14,5 ± 0,3	13,4 ± 0,4	12,0 ± 1,4	-	32,3 ± 0,2
50 cycles	2961,6 ± 87,4	3023,6 ± 66,8	15,7 ± 0,7	14,7 ± 1,0	13,1 ± 0,8	13,7 ± 2,8	0,12 ± 0,01	31,5 ± 0,7
60 cycles	3027,0 ± 93,4	2910,6 ± 80,4	14,6 ± 0,8	13,2 ± 1,1	11,9 ± 1,3	10,7 ± 2,1	-	32,5 ± 1,0
150 cycles	2877,7 ± 40,4	2857,6 ± 44,1	14,0 ± 0,4	14,3 ± 0,1	12,4 ± 0,6	13,8 ± 0,5	0,13 ± 0,01	31,3 ± 0,6

# PIERRE DE SAVONNIÈRES SA+

	$V_{P\text{ sat}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$V_{P\text{ sec}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$E_{\text{dyn}}$ (GPa)	$E_{\text{stat}}$ (GPa)	$E_{\text{app}}$ (GPa)	$R_c$ (MPa)	$N_t$ (%)
0 cycle	3141,0 ± 88,7	2978,6 ± 98,6	15,7 ± 1,1	15,3 ± 1,3	14,9 ± 0,5	14,5 ± 3,6	31,5 ± 1,7
30 cycles	3138,8 ± 71,2	2867,7 ± 43,6	13,3 ± 0,4	12,5 ± 0,3	10,7 ± 0,6	14,0 ± 2,3	32,3 ± 0,2
40 cycles	3061,2 ± 80,7	2909,4 ± 44,9	13,7 ± 0,4	14,0 ± 0,5	12,1 ± 0,8	10,5 ± 2,2	32,2 ± 0,6
50 cycles	3050,6 ± 102,8	2996,3 ± 15,8	14,5 ± 0,2	13,6 ± 0,6	11,6 ± 0,6	10,6 ± 1,1	31,9 ± 0,7
60 cycles	2828,6 ± 98,9	2800,6 ± 138,5	12,7 ± 1,3	-	-	-	32,8 ± 1,6

# PIERRE DE MIGNÉ

	$V_{P\text{ sat}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$V_{P\text{ sec}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$E_{\text{dyn}}$ (GPa)	$E_{\text{stat}}$ (GPa)	$E_{\text{app}}$ (GPa)	$R_c$ (MPa)	$K_{IC}$ (MPa.√m) (pour a/t = 0,2)	$N_t$ (%)
0 cycle	2560,9 ± 129,7	2744,2 ± 95,5	12,0 ± 0,8	13,7 ± 0,8	12,2 ± 0,4	14,1 ± 1,0	0,11 ± 0,02	28,8 ± 0,8
5 cycles	2205,6 ± 112,4	2542,8 ± 40,2	10,3 ± 0,3	11,8 ± 0,6	9,2 ± 1,2	13,3 ± 0,8	0,08 ± 0,02	29,3 ± 0,9
10 cycles	2158,3 ± 133,3	2488,6 ± 125,7	9,9 ± 1,0	10,0 ± 0,6	7,2 ± 0,3	11,5 ± 0,5	-	29,5 ± 0,5
15 cycles	2128,3 ± 116,8	2332,9 ± 44,8	8,7 ± 0,3	10,7 ± 0,4	6,5 ± 0,6	11,7 ± 0,6	0,08 ± 0,03	29,6 ± 0,3
20 cycles	2023,3 ± 120,6	2302,6 ± 71,7	8,4 ± 0,5	9,9 ± 0,6	6,3 ± 1,0	12,0 ± 0,2	-	29,2 ± 0,6
25 cycles	2036,2 ± 122,9	2384,6 ± 67,6	9,1 ± 0,5	11,7 ± 1,5	8,8 ± 3,7	10,1 ± 0,7	0,04 ± 0,01	29,8 ± 0,9
30 cycles	1943,4 ± 181,5	2256,4 ± 137,8	8,7 ± 0,5	9,2 ± 0,4	5,5 ± 0,4	9,9 ± 1,5	0,04 ± 0,005	29,9 ± 1,1

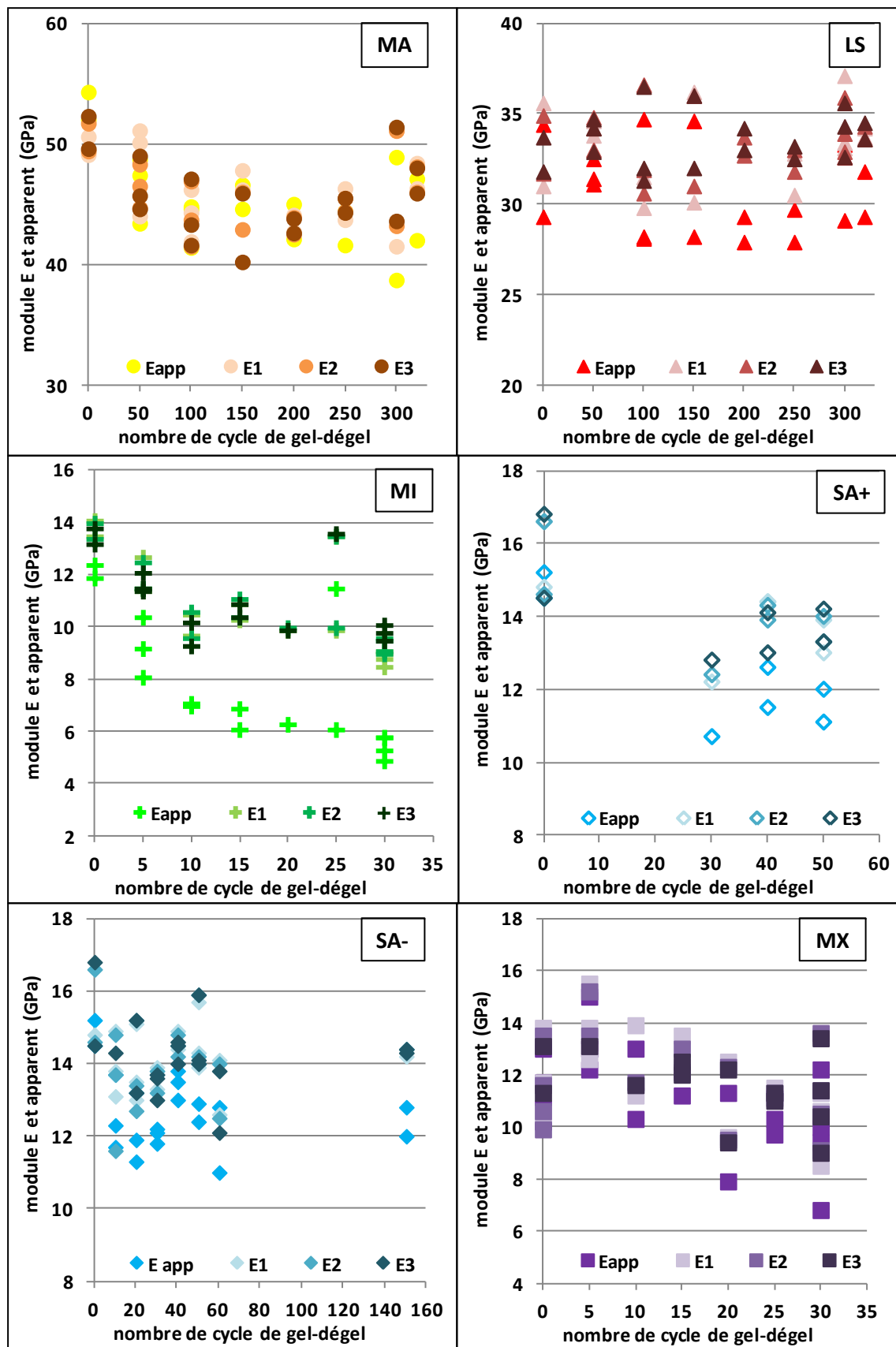
# PIERRE DE SAINT-MAXIMIN

	$V_{p \text{ sat}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$V_{p \text{ sec}}$ (m.s <sup>-1</sup> )	$E_{\text{dyn}}$ (GPa)	$E_{\text{stat}}$ (GPa)	$E_{\text{app}}$ (GPa)	$R_c$ (MPa)	$K_{IC}$ (MPa. $\sqrt{m}$ ) (pour a/t = 0,2)	$N_t$ (%)
0 cycle	2672,0 ± 183,3	2776,7 ± 149,6	11,8 ± 1,1	13,9 ± 0,6	13,8 ± 0,6	9,7 ± 1,1	0,17 ± 0,04	35,4 ± 1,8
5 cycles	2586,3 ± 182,4	2783,1 ± 187,4	11,2 ± 1,5	13,8 ± 1,5	13,4 ± 1,4	8,6 ± 3,0	0,17 ± 0,04	34,8 ± 2,1
10 cycles	2542,2 ± 164,1	2701,9 ± 244,7	10,6 ± 1,9	12,7 ± 1,7	11,7 ± 1,9	9,6 ± 1,5	-	34,7 ± 2,3
15 cycles	2537,2 ± 143,0	2742,9 ± 201,2	10,9 ± 1,6	12,6 ± 0,6	11,7 ± 0,7	9,5 ± 1,1	0,16 ± 0,03	35,0 ± 2,1
20 cycles	2465,5 ± 122,1	2682,6 ± 162,5	10,4 ± 1,3	10,9 ± 2,0	9,6 ± 2,4	9,5 ± 0,7	-	34,6 ± 2,2
25 cycles	2421,5 ± 116,4	2595,3 ± 51,1	9,8 ± 0,4	11,2 ± 0,2	10,0 ± 0,4	9,8 ± 1,7	0,14 ± 0,01	35,1 ± 0,6
30 cycles	2389,0 ± 157,0	2574,7 ± 152,5	9,6 ± 1,2	11,1 ± 1,9	9,6 ± 2,2	9,6 ± 0,6	0,14 ± 0,02	35,8 ± 0,3

**ANNEXE B : EVOLUTION DES MODULES SELON LES CYCLES DE  
CHARGEMENT-DECHARGEMENT EN FONCTION DU NOMBRE DE  
CYCLE DE GEL-DEGEL**





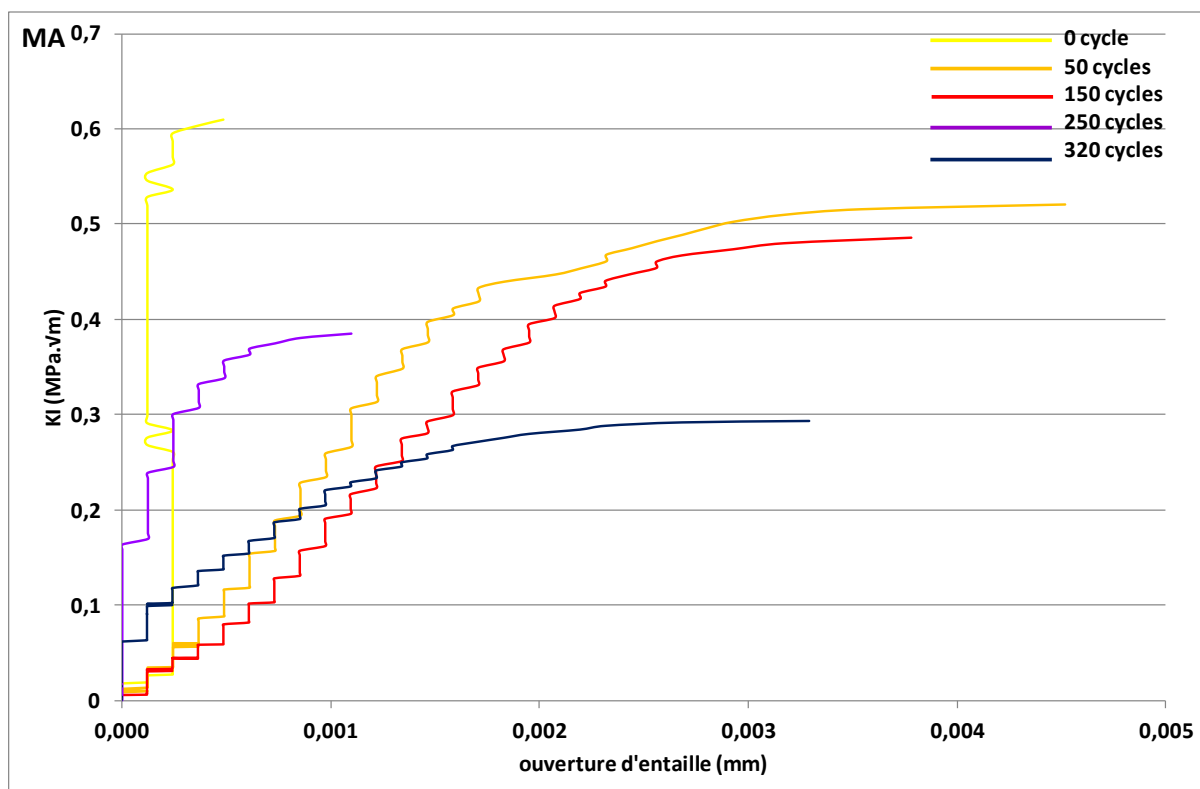


Evolution des modules selon les cycles de chargement-déchargement en fonction du nombre de cycle de gel-dégel pour chaque échantillon (E app : module apparent ; E1 : module du premier cycle de chargement-déchargement ; E2 : module du deuxième cycle de chargement-déchargement ; E3 : module du troisième cycle de chargement-déchargement)

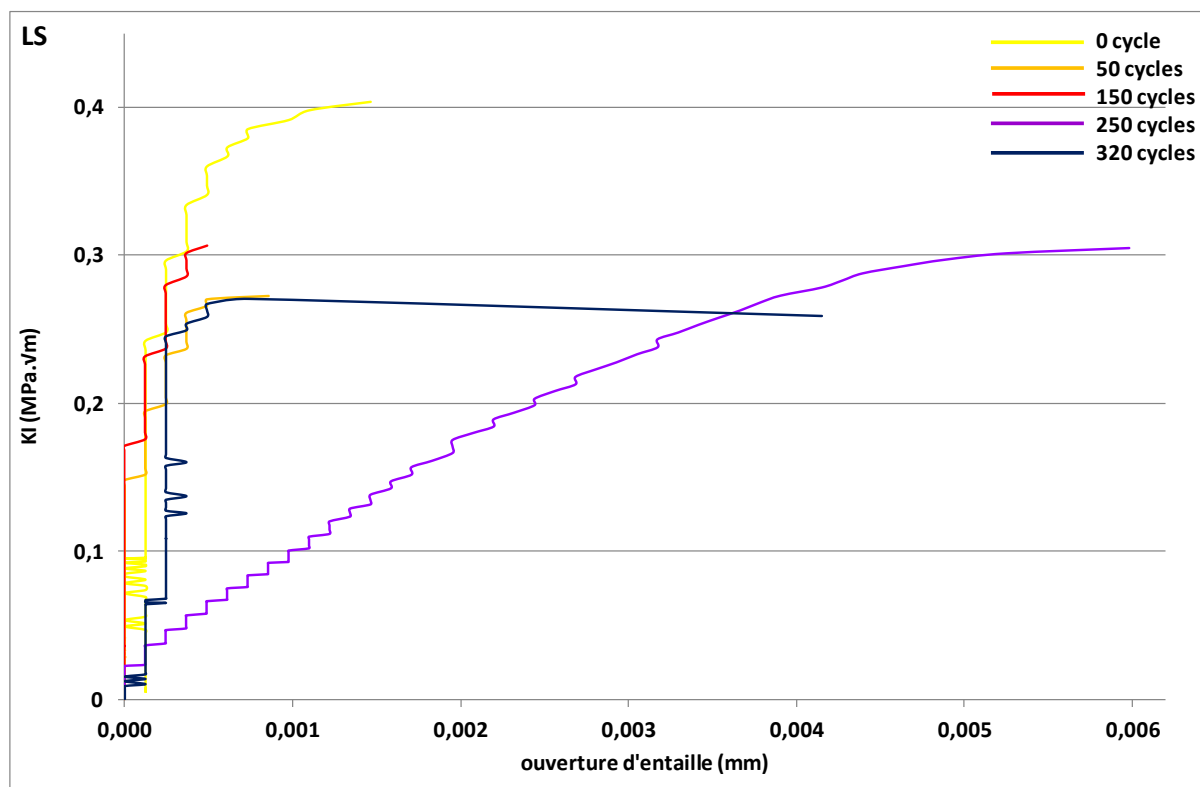


**ANNEXE C : EVOLUTION DU FACTEUR D'INTENSITE DES  
CONTRAINTES EN FONCTION DE L'OUVERTURE DE L'ENTAILLE AU  
COURS DES CYCLES DE GEL-DEGEL**

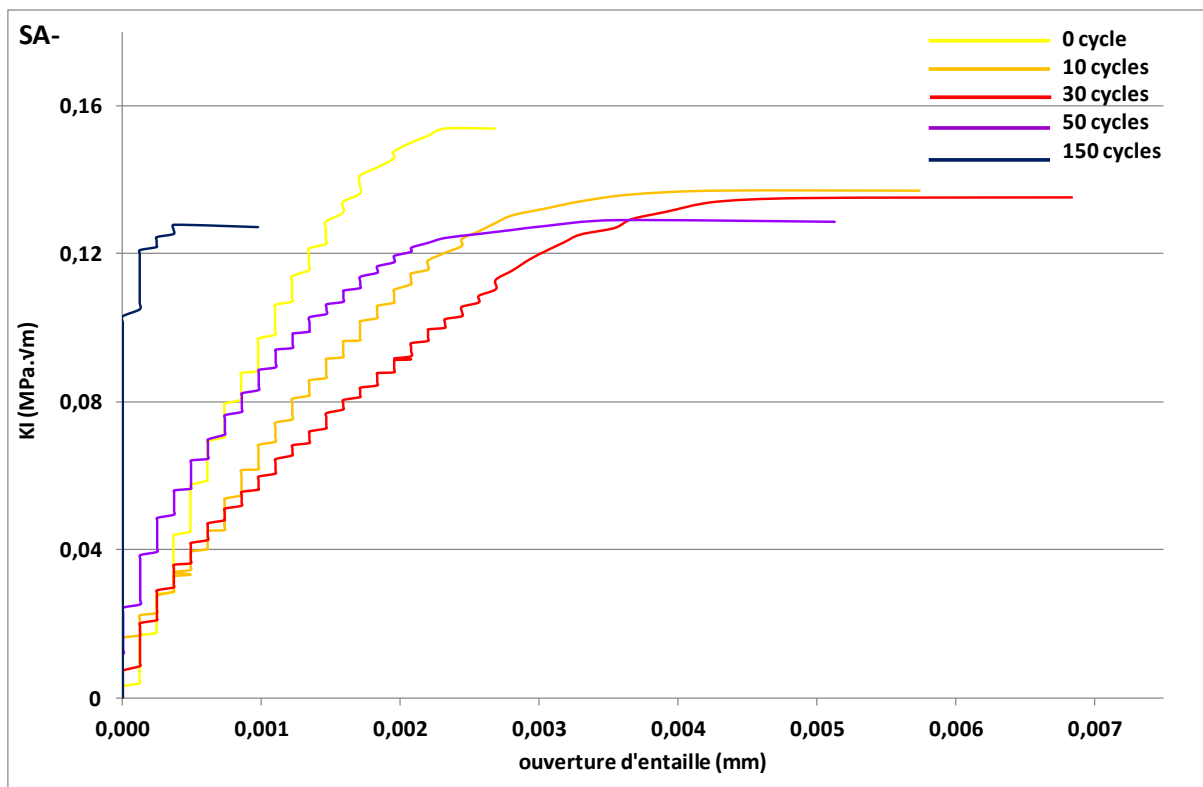




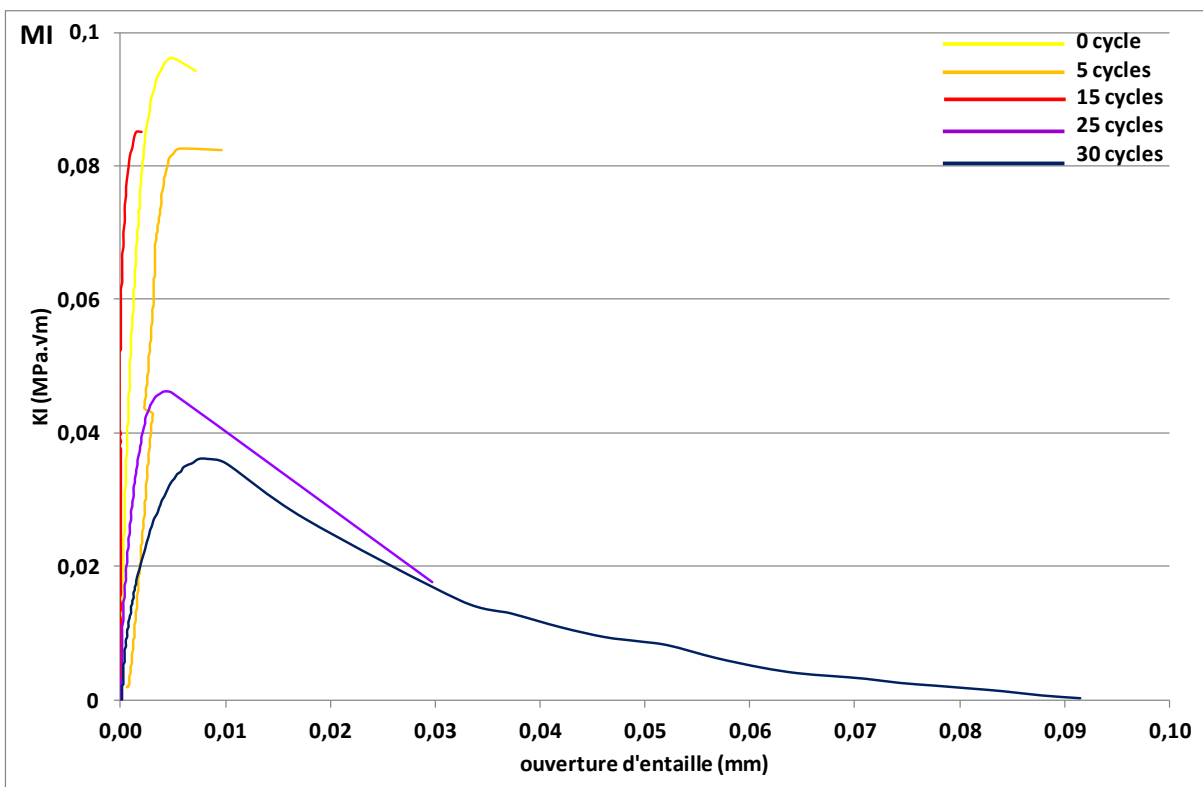
Evolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture de l'entaille pour chaque palier de cycle de gel-dégel pour la pierre de Massangis



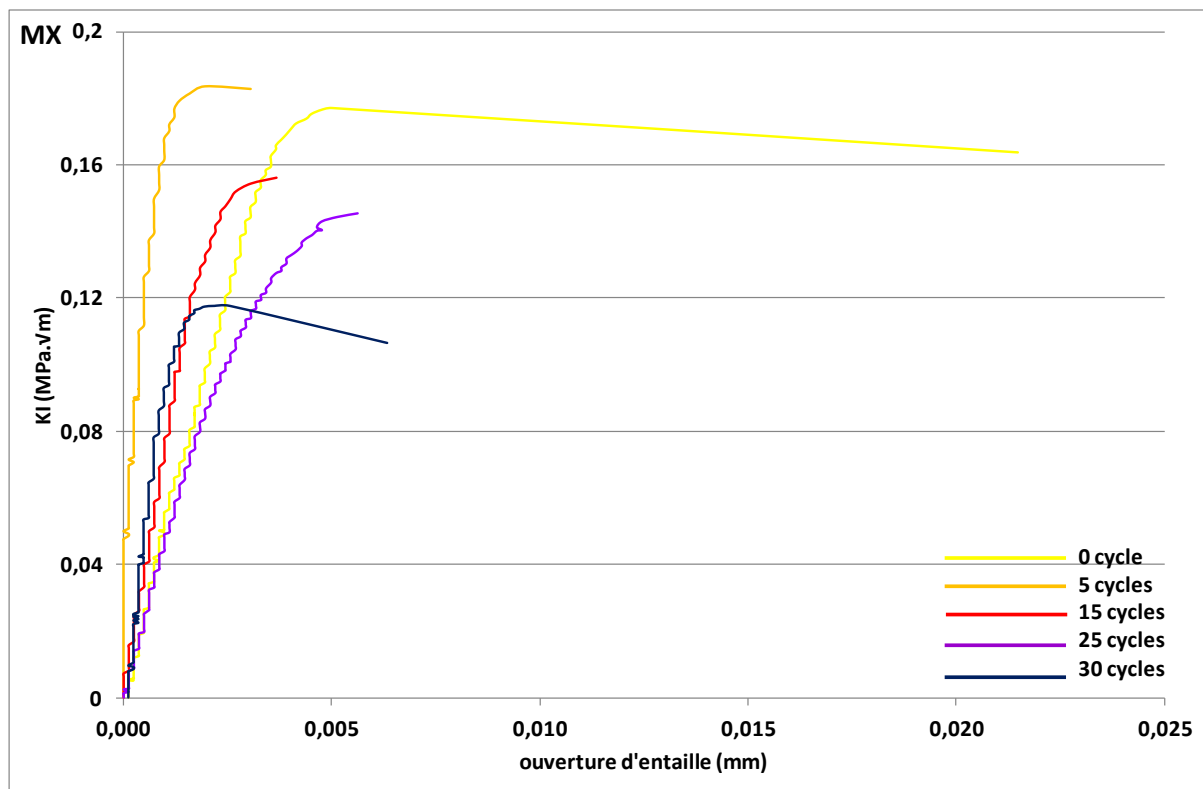
Evolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture de l'entaille pour chaque palier de cycle de gel-dégel pour la pierre de Lens



Evolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture de l'entaille pour chaque palier de cycle de gel-dégel pour les échantillons de la saturation naturelle de la pierre de Savonnières



Evolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture de l'entaille pour chaque palier de cycle de gel-dégel pour la pierre de Migné



Evolution du facteur d'intensité des contraintes en fonction de l'ouverture de l'entaille pour chaque palier de cycle de gel-dégel pour la pierre de Saint-Maximin



